

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

**Danijel Cetinjan**

Zagreb, 2012.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

Mentor:

Dr.sc. Zdravko Schauperl,

Student:

Danijel Cetinjan

Zagreb, 2012.



Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se profesoru Dr.sc. Zdravku Schauperlu, na svojoj pomoći prilikom laboratorijskih analiza i mjerenja. Zahvaljujem se također ostalim djelatnicima Zavoda za materijale na ustupljenom vremenu i korištenim uređajima.

Danijel Cetinjan



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
**FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite

Povjerenstvo za završne i diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:  
procesno-energetski, konstrukcijski, brodostrojarški i inženjersko modeliranje i računalne  
simulacije

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

## DIPLOMSKI ZADATAK

Student:

Mat. br.:

Naslov:

Opis zadatka:

Zadatak zadan:

Rok predaje rada:

Zadatak zadao:

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Mladen Andrassy

Referada za diplomske i završne ispite

Obrazac DS - 3A/PDS - 3A

## SADRŽAJ

SADRŽAJ .....	I
POPIS SLIKA .....	III
POPIS TABLICA .....	V
POPIS OZNAKA .....	VII
POPIS KRATICA .....	VIII
SAŽETAK .....	IX
1. UVOD .....	1
2. MIKROSTRUKTURA ČELIKA X80 .....	2
3. MAG ROBOTSKO ZAVARIVANJE .....	5
3.1. Priprema spoja .....	6
3.2. Predgrijavanje čeličnih ploča .....	6
3.3. Zavarivanje čeličnih ploča .....	6
4. SKENIRAJUĆI ELEKTRONSKI MIKROSKOP .....	8
4.1. EDS analiza uzoraka .....	9
5. KARAKTERIZACIJA MIKROSTRUKTURE ZAVARA ČELIKA X80 – EKSPERIMENTALNI DIO .....	11
5.1. Uzorak br. 1 .....	15
5.1.1. Mikrostruktura uzorka 1 gledana svjetlosnim mikroskopom .....	16
5.1.2. Linijska EDS analiza uzorka 1 .....	18
5.1.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 1 – Osnovni materijal (OM) .....	19
5.1.4. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 1 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	22
Točkasta analiza prvog uzorka u području ZUT-a je prikazala standardni sastav čelika X80 [Slika 17] .....	22
5.1.5. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 1 – Područje zavora .....	24
5.2. Uzorak br. 2 .....	26
5.2.1. Linijska EDS analiza uzorka 2 .....	28
5.2.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 2 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	29
5.2.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 2 – Područje zavora .....	32
5.2.4. Točkasta EDS analiza ukljućine u području zavora uzorka 2 .....	34
5.3. Uzorak br. 3 .....	35
5.3.1. Linijska EDS analiza uzorka 3 .....	37
5.3.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 3 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	38
5.3.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 3 – Područje zavora .....	40
5.3.4. Točkasta EDS analiza ukljućine u području ZUT-a uzorka 3 .....	42
5.4. Uzorak br. 4 .....	43
5.4.1. Linijska EDS analiza uzorka 4 .....	45

5.4.2.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 4 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	46
5.4.3.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 4 – Područje zavaravara .....	49
5.4.4.	Točkasta EDS analiza ukljućine u području zavaravara uzorka 4 .....	51
5.5.	Uzorak br. 5 .....	53
5.5.1.	Linijaska EDS analiza uzorka 5 .....	55
5.5.2.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 5 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	56
5.5.3.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 5 – Područje zavaravara .....	58
5.6.	Uzorak br. 6 .....	60
5.6.1.	Linijaska EDS analiza uzorka 6 .....	62
5.6.2.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 6 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	63
5.6.3.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 6 – Područje zavaravara .....	65
5.7.	Uzorak br. 7 .....	67
5.7.1.	Linijaska EDS analiza uzorka 7 .....	69
5.7.2.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 7 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	70
5.7.3.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 7 – Područje zavaravara .....	72
5.7.4.	Linijaska EDS analiza ukljućine u području zavaravara uzorka 7 .....	74
5.8.	Uzorak br. 8 .....	76
5.8.1.	Linijaska EDS analiza uzorka 8 .....	78
5.8.2.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 8 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	79
5.8.3.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 8 – Područje zavaravara .....	81
5.8.4.	Točkasta EDS analiza ukljućine 1 u području zavaravara uzorka 8 .....	83
5.8.5.	Točkasta EDS analiza ukljućine 2 u području zavaravara uzorka 8 .....	84
5.9.	Uzorak br. 9 .....	86
5.9.1.	Linijaska EDS analiza uzorka 9 .....	88
5.9.2.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 9 – Zona utjecaja topline (ZUT) .....	89
5.9.3.	Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 9 – Područje zavaravara .....	91
6.	ZAKLJUČAK .....	94
	LITERATURA .....	95
	PRILOZI .....	96

## POPIS SLIKA

Slika 1.	Mikrostruktura čelika X80 pri povećanju od 2500X [3] .....	2
Slika 2.	Mikrostruktura mikrolegiranih čelika X60, X70 i X80 .....	4
Slika 3.	Priprema čelika X80 za zavarivanje .....	6
Slika 4.	Almega AX V6 robot korišten za MAG zavarivanje .....	7
Slika 5.	Shema skenirajućeg elektronskog mikroskopa .....	8
Slika 6.	Stimulacija elektrona kod EDS mjerenja .....	10
Slika 7.	Izgled zavara uzoraka nakon pripreme za laboratorijsko ispitivanje .....	12
Slika 8.	Svjetlosni mikroskop Olympus GX51 – lijevo .....	13
Slika 9.	Skenirajući elektronski mikroskop (SEM) – lijevo .....	14
Slika 10.	EDS analiza u „Inca“ kompjutorskom programu .....	15
Slika 11.	Izgled površine uzorka 1 nakon nagrizanja u Nitalu .....	16
Slika 12.	Mikrostruktura uzorka 1, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	17
Slika 13.	Područje linijske analize uzorka 1 .....	18
Slika 14.	Linijska EDS analiza uzorka 1 .....	19
Slika 15.	Točkasta EDS analiza osnovnog materijala uzorka 1 .....	20
Slika 16.	Izgled mikrostrukture osnovnog materijala uzorka 1 analiziranog SEM-om .....	21
Slika 17.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 1 .....	22
Slika 18.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 1 analiziranog SEM-om .....	23
Slika 19.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 1 .....	24
Slika 20.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 1 analiziranog SEM-om .....	25
Slika 21.	Izgled površine uzorka 2 nakon nagrizanja u Nitalu .....	26
Slika 22.	Mikrostruktura uzorka 2, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	27
Slika 23.	Područje linijske analize uzorka 2 .....	28
Slika 24.	Linijska EDS analiza uzorka 2 .....	28
Slika 25.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 2 .....	30
Slika 26.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 2 analiziranog SEM-om .....	31
Slika 27.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 2 .....	32
Slika 28.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 2 analiziranog SEM-om .....	33
Slika 29.	Točkasta EDS analiza uključina u području zavara za uzorak 2 .....	34
Slika 30.	Izgled površine uzorka 3 nakon nagrizanja u Nitalu .....	35
Slika 31.	Mikrostruktura uzorka 3, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	36
Slika 32.	Područje linijske analize uzorka 3 .....	37
Slika 33.	Linijska EDS analiza uzorka 3 .....	37
Slika 34.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 3 .....	38
Slika 35.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 3 analiziranog SEM-om .....	39
Slika 36.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 3 .....	40
Slika 37.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 3 analiziranog SEM-om .....	41
Slika 38.	Točkasta EDS analiza uključine u području ZUT-a za uzorak 3 .....	42
Slika 39.	Izgled površine uzorka 4 nakon nagrizanja u Nitalu .....	43
Slika 40.	Mikrostruktura uzorka 4, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	44
Slika 41.	Područje linijske analize uzorka 4 .....	45
Slika 42.	Linijska EDS analiza uzorka 4 .....	45
Slika 43.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 4 .....	47
Slika 44.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 4 analiziranog SEM-om .....	48
Slika 45.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 4 .....	49

Slika 46.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 4 analiziranog SEM-om .....	50
Slika 47.	Točkasta EDS analiza ukljućine u području zavara za uzorak 4 .....	51
Slika 48.	Izgled površine uzorka 5 nakon nagrizanja u Nitalu .....	53
Slika 49.	Mikrostruktura uzorka 5, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	54
Slika 50.	Područje linijske analize uzorka 5 .....	55
Slika 51.	Linijska EDS analiza uzorka 5 .....	55
Slika 52.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 5 .....	56
Slika 53.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 5 analiziranog SEM-om .....	57
Slika 54.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 5 .....	58
Slika 55.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 5 analiziranog SEM-om .....	59
Slika 56.	Izgled površine uzorka 6 nakon nagrizanja u Nitalu .....	60
Slika 57.	Mikrostruktura uzorka 6, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	61
Slika 58.	Područje linijske analize uzorka 6 .....	62
Slika 59.	Linijska EDS analiza uzorka 6 .....	62
Slika 60.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 6 .....	63
Slika 61.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 6 analiziranog SEM-om .....	64
Slika 62.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 6 .....	65
Slika 63.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 6 analiziranog SEM-om .....	66
Slika 64.	Izgled površine uzorka 7 nakon nagrizanja u Nitalu .....	67
Slika 65.	Mikrostruktura uzorka 7, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	68
Slika 66.	Područje linijske analize uzorka 7 .....	69
Slika 67.	Linijska EDS analiza uzorka 7 .....	69
Slika 68.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 7 .....	70
Slika 69.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 7 analiziranog SEM-om .....	71
Slika 70.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 7 .....	72
Slika 71.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 7 analiziranog SEM-om .....	73
Slika 72.	Linijska EDS analiza ukljućka u području zavara za uzorak 7 .....	74
Slika 73.	Spektar sastava ukljućka u području zavara za uzorak 7 .....	75
Slika 74.	Izgled površine uzorka 8 nakon nagrizanja u Nitalu .....	76
Slika 75.	Mikrostruktura uzorka 8, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	77
Slika 76.	Područje linijske analize uzorka 8 .....	78
Slika 77.	Linijska EDS analiza uzorka 8 .....	78
Slika 78.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 8 .....	79
Slika 79.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 8 analiziranog SEM-om .....	80
Slika 80.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 8 .....	81
Slika 81.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 8 analiziranog SEM-om .....	82
Slika 82.	Točkasta EDS analiza ukljućine 1 u području zavara za uzorak 8 .....	83
Slika 83.	Točkasta EDS analiza ukljućine 2 u području zavara za uzorak 8 .....	85
Slika 84.	Izgled površine uzorka 9 nakon nagrizanja u Nitalu .....	86
Slika 85.	Mikrostruktura uzorka 9, svjetlosni mikroskop, različita mjesta .....	87
Slika 86.	Područje linijske analize uzorka 9 .....	88
Slika 87.	Linijska EDS analiza uzorka 9 .....	88
Slika 88.	Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 9 .....	89
Slika 89.	Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 9 analiziranog SEM-om .....	90
Slika 90.	Točkasta EDS analiza zavara uzorka 9 .....	91
Slika 91.	Izgled mikrostrukture zavara uzorka 9 analiziranog SEM-om .....	93

## POPIS TABLICA

Tablica 1.	Mikrostruktura i veličina zrna mikrolegiranih čelika X60, X70 i X80 .....	3
Tablica 2.	Kemijski sastav dodatnog materijala (žice) .....	7
Tablica 3.	Mikrostruktura čelika X80 .....	11
Tablica 4.	Parametri zavarivanja svih ispitnih uzoraka .....	13
Tablica 5.	Parametri zavarivanja prvog uzorka čelika X80 .....	15
Tablica 6.	Sastav osnovnog materijala čelika X80 dobiven točkastom EDS metodom .....	20
Tablica 7.	Sastav ZUT-a uzorka 1 dobiven EDS točkastom metodom .....	23
Tablica 8.	Sastav zavara uzorka 1 dobiven EDS točkastom metodom .....	25
Tablica 9.	Parametri zavarivanja drugog uzorka čelika X80 .....	26
Tablica 10.	Sastav uzorka 2 dobiven linijskom EDS metodom .....	29
Tablica 11.	Sastav ZUT-a uzorka 2 dobiven EDS točkastom metodom .....	30
Tablica 12.	Sastav zavara uzorka 2 dobiven EDS točkastom metodom .....	33
Tablica 13.	Sastav uključine uzorka 2 u području zavara dobiven EDS točkastom metodom .....	35
Tablica 14.	Parametri zavarivanja trećeg uzorka čelika X80 .....	35
Tablica 15.	Sastav uzorka 3 dobiven linijskom EDS metodom .....	38
Tablica 16.	Sastav ZUT-a uzorka 3 dobiven EDS točkastom metodom .....	39
Tablica 17.	Sastav zavara uzorka 3 dobiven EDS točkastom metodom .....	41
Tablica 18.	Sastav uključine uzorka 3 u području ZUT-a dobiven EDS točkastom metodom .....	43
Tablica 19.	Parametri zavarivanja četvrtog uzorka čelika X80 .....	43
Tablica 20.	Sastav uzorka 4 dobiven linijskom EDS metodom .....	46
Tablica 21.	Sastav ZUT-a uzorka 4 dobiven EDS točkastom metodom .....	47
Tablica 22.	Sastav zavara uzorka 4 dobiven EDS točkastom metodom .....	50
Tablica 23.	Sastav uključine uzorka 4 u području zavara dobiven EDS točkastom metodom .....	52
Tablica 24.	Parametri zavarivanja petog uzorka čelika X80 .....	53
Tablica 25.	Sastav uzorka 5 dobiven linijskom EDS metodom .....	56
Tablica 26.	Sastav ZUT-a uzorka 5 dobiven EDS točkastom metodom .....	57
Tablica 27.	Sastav zavara uzorka 5 dobiven EDS točkastom metodom .....	59
Tablica 28.	Parametri zavarivanja šestog uzorka čelika X80 .....	60
Tablica 29.	Sastav uzorka 6 dobiven linijskom EDS metodom .....	63
Tablica 30.	Sastav ZUT-a uzorka 6 dobiven EDS točkastom metodom .....	64
Tablica 31.	Sastav zavara uzorka 6 dobiven EDS točkastom metodom .....	66
Tablica 32.	Parametri zavarivanja sedmog uzorka čelika X80 .....	67
Tablica 33.	Sastav uzorka 7 dobiven linijskom EDS metodom .....	70
Tablica 34.	Sastav ZUT-a uzorka 7 dobiven EDS točkastom metodom .....	71
Tablica 35.	Sastav zavara uzorka 7 dobiven EDS točkastom metodom .....	73
Tablica 36.	Parametri zavarivanja osmog uzorka čelika X80 .....	76
Tablica 37.	Sastav uzorka 8 dobiven linijskom EDS metodom .....	79
Tablica 38.	Sastav ZUT-a uzorka 8 dobiven EDS točkastom metodom .....	80
Tablica 39.	Sastav zavara uzorka 8 dobiven EDS točkastom metodom .....	82
Tablica 40.	Sastav uključine 1 uzorka 8 u području zavara dobiven EDS točkastom metodom .....	84

Tablica 41. Sastav uključine 2 uzorka 8 u području zavora dobiven EDS točkastom metodom .....	85
Tablica 42. Parametri zavarivanja devetog uzorka čelika X80 .....	86
Tablica 43. Sastav uzorka 9 dobiven linijskom EDS metodom .....	89
Tablica 44. Sastav ZUT-a uzorka 9 dobiven EDS točkastom metodom .....	90
Tablica 45. Sastav zavora uzorka 9 dobiven EDS točkastom metodom .....	92



**POPIS OZNAKA**

<b>Oznaka</b>	<b>Jedinica</b>	<b>Opis</b>
<i>Q</i>	$\text{kJ/cm}$	Unos topline
	$^{\circ}\text{C}$	Temperatura predgrijavanja
	%	Maseni udio
	%	Atomski udio
	$\text{nm}$	Veličina mjerene točke EDS analize
	$\mu\text{m}$	Veličina zrna
	kx	Povećanje SEM-a
	kV	Napon SEM-a
	Pa	Tlak komore
	Pa	Tlak kolone
<i>Rm</i>	$\text{N/mm}^2$	Vlačna čvrstoća
<i>Rp<sub>0,2</sub></i>	$\text{N/mm}^2$	Konvencionalna granica razvlačenja
<i>Kv</i>	$\text{J/cm}^2$	Udarni rad loma
<i>t</i>	mm	Debljina uzorka
<i>x</i>	%	Udio plina u zaštitnoj mješavini

## **POPIS KRATICA**

<b>Oznaka</b>	<b>Opis</b>
MAG	Elektrolučno zavarivanje taljivom elektrodom u zaštiti aktivnog plina
REL	Ručno elektrolučno zavarivanje
TMCP	Termomehanički kontrolirani proces
HIC	Vodikova bolest
SEM	Skenirajući elektronski mikroskop
EDS	Rendgenska spektroskopija energije materijala
ZUT	Zona utjecaja topline

## **SAŽETAK**

Svrha ovog diplomskog rada je karakterizacijamikrostrukturezavarenih spojeva analiziranog čelika. Korišteni materijal je visokočvrsti konstrukcijski čelik API 5L X80 debljine 10 mm. Za analizu je korišteno 9 uzoraka. Uzorci su zavareni MAG postupkomna robotskoj jedinici u Laboratoriju za zavarene konstrukcije. Parametri zavarivanja bili su: sastav plina, unos topline, temperatura predgrijavanja. Analiza mikrostrukture je prvo provedena u Laboratoriju za metalografijuna svjetlosnom mikroskopu. Nakon toga je provedena linijska i točkasta mikroanalizakemijskog sastava osnovnog materijala, u zoni utjecaja topline (ZUT) i materijalu samog zava. Ta analiza je provedena na skenirajućemelektronskom mikroskopu (SEM) uz pomoć EDS detektora sa kompjutorskim programima Oxford EDS i Inca.

## 1. UVOD

U radu su navedene i objašnjene promjene koje su se dogodile u mikrostrukturivisokočvrstogmikrolegiranogčelika X80 prilikom zavarivanja. Čelik X80 je konstrukcijski čelik koji se koristi za izradu cjevovoda i plinovoda velikih dimenzija. Njegova najveća prednost je visoka čvrstoća koja za posljedicu ima mogućnost proizvodnje cjevovoda s tanjim stjenkama pri većim tlakovima. To automatski umanjuje i cijenu čitave konstrukcije koja nije zanemariva pošto u većini slučajeva iznosi mnogo tisuća tona materijala. Ovaj čelik ima manju otpornost na vodikovu bolest u području zavara od čelika X70. To se može kontrolirati upotrebom celuloznih elektroda koje imaju smanjenu količinu vodika (npr. E9018) ili korištenjem MIG/MAG tehnologija zavarivanja. [1]

Konstrukcijski čelik X80 se proizvodi postupkom termomehaničkog valjanja znanog kao TMCP. Zbog svoje sitnozrnate strukture, čelik ima izvrsna mehanička svojstva. Da bi se struktura što je moguće manje narušila korišten je smanjeni unos topline prilikom zavarivanja. [2]

Na čeliku je proveden MAG postupak zavarivanja koji ima prednosti u odnosu na REL zbog bolje kvalitete zavarivanja, većeg unosa topline prilikom zavarivanja, manjeg vremena zavarivanja i veće proizvodnosti. Uz to povoljna je i činjenica da se koristila robotska ruka za zavarivanje koja je omogućavala optimizaciju parametara zavarivanja čime se pazilo na konačan izgled mikrostrukture čelika.

## 2. MIKROSTRUKTURA ČELIKA X80

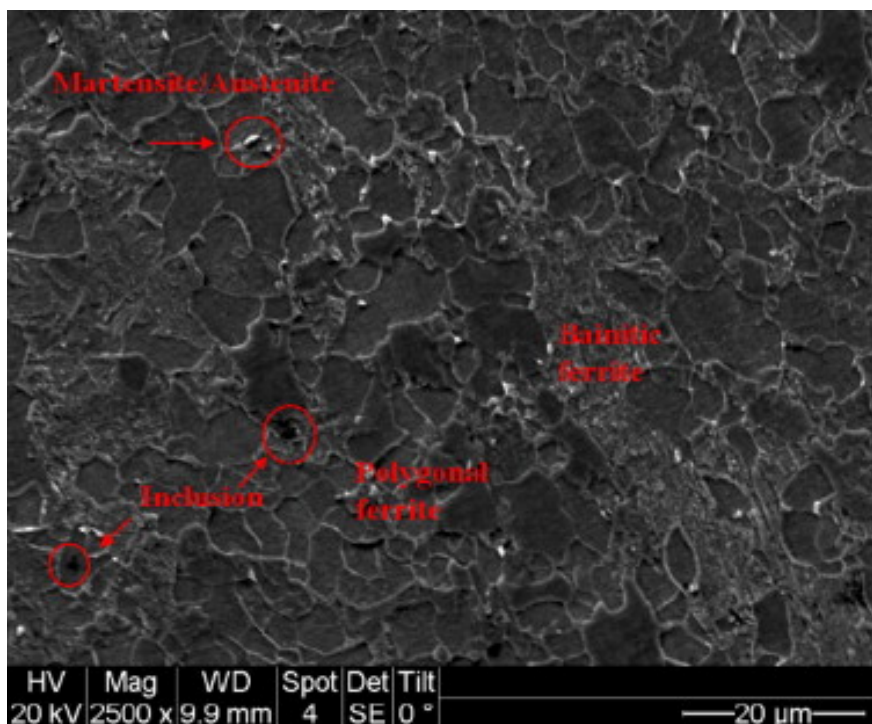
Da bi mogli provesti analizu mikrostrukture zavora čelika X80 potrebno je znati pojedinosti vezane za proizvodnju čelika.

Završimo proizvodnje čelika X80 vrlo je važnoukloniti što je moguće više nečistoća. Najviše se pažnje pritom posvećuje sumporu. Sumpor se uklanja procesom desulferizacije i injekcijama CaSi.

Nakon toga čelik ide na valjanje. Prvi dio valjanja se provodi pri temperaturi potpune kristalizacije što rezultira austenitnom mikrostrukturom i veličinom zrna od približno 60 μm.

Završni dio valjanja se provodi pri temperaturi gdje ne dolazi do kristalizacije. Time se dobiva još sitnija mikrostruktura od 20 μm.

Nakon naglog hlađenja sitna austenitna mikrostruktura se transformira u mješavinu feritne i bainitne mikrostrukture sa veličinom zrna od 3 do 10 μm. Boljom kontrolom procesa zrna mogu biti još i manja. S obzirom da perlitna i martenzitna struktura smanjuju tvrdoću i zavarljivost potrebno je kao završan produkt dobiti čelik sa vrlo niskim udjelom ugljika i jednofaznom bainitno / feritnom sitnozrnatom mikrostrukturom sa malim udjelom karbida [Slika 1].



Slika 1. Mikrostruktura čelika X80 pri povećanju od 2500X [3]

Legiranje sa elementima kao što su Mn, Cu, Mo, smanjuje temperaturu transformacije ferita i usporava transformaciju perlita. Na kraju se provodi termomehanički kontrolirani proces (TMCP) koji se sastoji od kontroliranog valjanja i ubrzanog hlađenja. On još dodatno povećava tvrdoću i poboljšava zavarljivost.

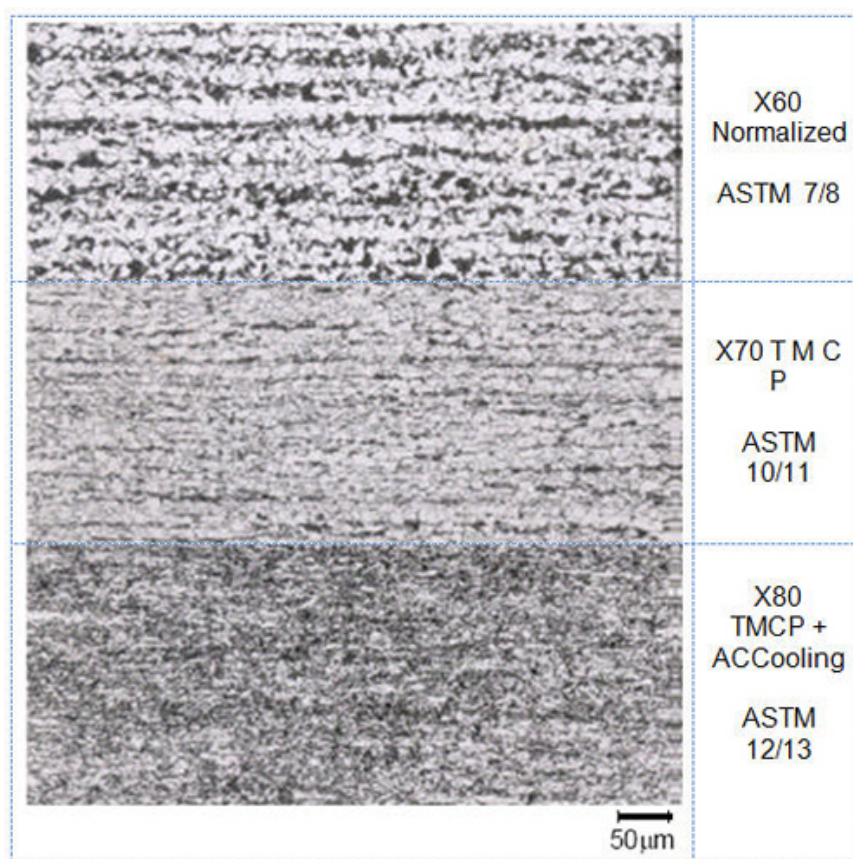
Postoji više klasa čelika X80 ovisno o tome da li se koriste na kopnu ili na moru. [4]

**Tablica 1. Mikrostruktura i veličina zrna mikrolegiranih čelika X60, X70 i X80**

Vrsta čelika	Mikrostruktura	Veličina zrna [ $\mu\text{m}$ ]
X60	feritno / perlitna	30 – 40
X70	feritno / perlitna	3 – 5
X80	feritno / bainitna	1 – 3

Kao što je vidljivo na slici 2, mikrostruktura materijala je zamjetno bolja kod čelika X80 u odnosu na prethodne generacije [Tablica 1]. Mogući problemi nastaju ako se dogodi pojavljivanje veće količine vodika koji može prouzrokovati vodikovu bolest (engl. „*hydrogeninducedcracking*“ – HIC).

Vodikova bolest se najčešće pojavljuje u području zone utjecaja topline (ZUT) gdje je najveća čvrstoća materijala i difuzija vodika. Zaostala naprezanja od zavarivanja također pozitivno utječu na mogućnost pojave vodikove bolesti. Debljina stjenke također ima utjecaja, pogotovo kod C-Mn čelika. [5]



**Slika 2. Mikrostrukturamikrolegiranih čelika X60, X70 i X80**

Dakle, unos vodika u materijal, na koji posebno moramo obratiti pozornost, može se pojaviti zbog :

- Ulja, masti, zemlje,
- Oksidacije,
- Raznih prevlaka i boje,
- Raznih sredstava za čišćenje,
- Uporabe neadekvatnih elektroda za varenje.

### 3. MAG ROBOTSKO ZAVARIVANJE

MAG (engl. „*Metal Active Gas*“) je postupak elektrolučnog zavarivanja taljivom elektrodom u zaštitnoj atmosferi aktivnog plina.

Prednosti:

- Primjenjiv za zavarivanje svih vrsta materijala,
- Velika mogućnost izbora parametara i načina prijenosa materijala,
- Zavarivanje u svim položajima,
- Zavarivanje u radionici i na terenu,
- Mogućnost primjene različitih plinskih mješavina,
- Mogućnost primjene praškom punjene žice,
- Široki raspon debljina,
- Velika učinkovitost i proizvodnost,
- Pogodan za automatizaciju,
- Moguća primjena i za lemljenje.

Nedostaci:

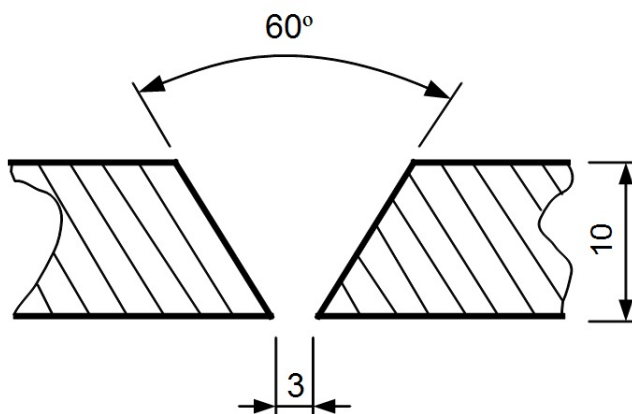
- Na terenu su moguće greške zbog loše zaštite atmosfere od vjetra,
- Mogu se pojaviti problemi kod dovođenja žice za varenje (pogotovo kod aluminija),
- Moguće je da se pojavi veći broj grešaka pogotovo uslijed neodgovarajuće tehnike rada i parametara zavarivanja (najčešće greške su poroznost i naljepljivanje),
- Štrcanje kod zavarivanja kratkih spojeva (potrebna naknadna obrada),
- Uređaj za zavarivanje je vrlo složen (dovođenje žice, automatska regulacija, i dr.) [6]



### 3.1. Priprema spoja

Priprema spoja je vrlo važna zato što ako dođe do iskliznuća ili bilo kojih drugih problema prilikom zavarivanja, zavareni sloj bude bio loše kvalitete i korijen zavara ne bude adekvatno popunjen.

Ploče su dimenzija 350 X 300 mm. Zavarivanje je napravljeno u „V“ spoj. Debljina čelika od 10 mm uvjetovala je da se zavarivanje napravljeno u tri prolaza sa razmakom ploča od 3mm [Slika 3]. Prije samog početka zavarivanja ploče su nepomično fiksirane zateznim alatima.



Slika 3. Priprema čelika X80 za zavarivanje

Nakon fiksiranja ploča zateznim alatima slijedi odabir parametara za predgrijavanje ploča.

### 3.2. Predgrijavanje čeličnih ploča

Nakon pripreme spoja slijedi predgrijavanje ploča. Ploče su predgrijavane plinskim plamenom po kasnije navedenim parametrima ovisno o zahtjevima za svaki uzorak.

### 3.3. Zavarivanje čeličnih ploča

Za zavarivanje je potrebno namjestiti parametre: struje, napona, plina, brzine zavarivanja i njihovanja pištolja na robotu.

Korišteni robot je „Almega AX V6“ [Slika 4].



**Slika 4. Almega AX V6 robot korišten za MAG zavarivanje**

Zavarivanje je napravljeno sa žicom „Lincoln Electric LNM MoNi“ promjera  $d_z=1,2$  mm.

Kemijski sastav dodatnog materijala prikazan je u tablici 2.

**Tablica 2. Kemijski sastav dodatnog materijala (žice)**

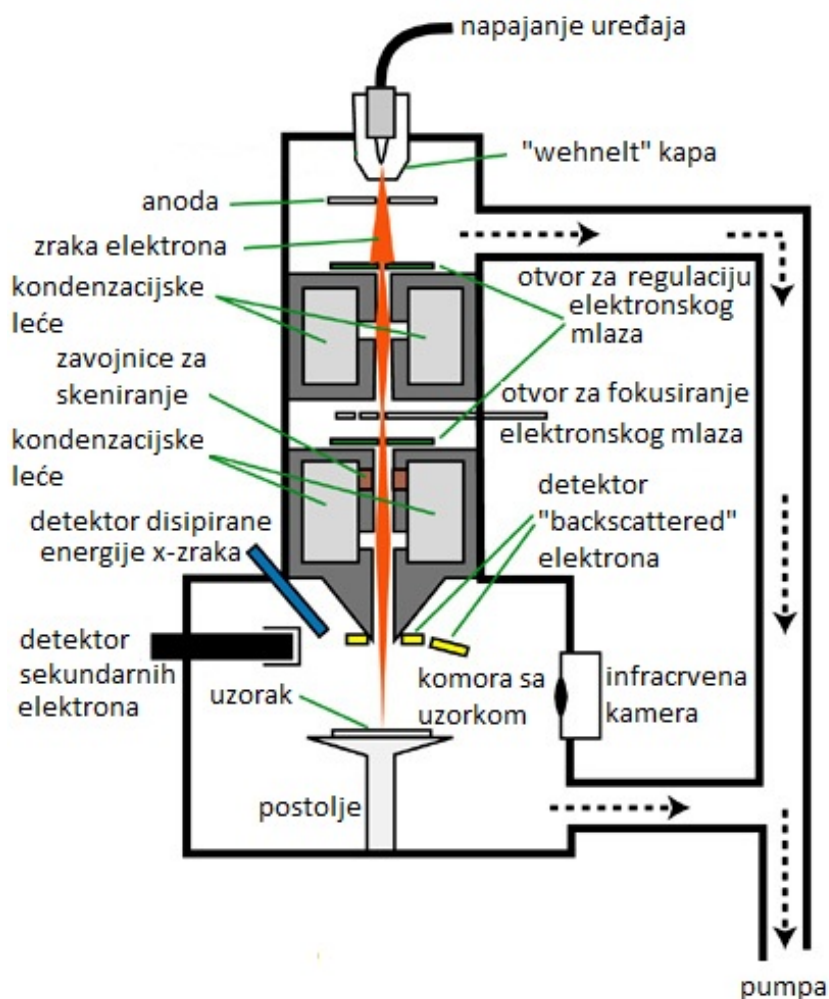
C (%)	Mn (%)	Si (%)	Ni (%)	Cr (%)	Mo (%)	Cu (%)
0,1	1,65	0,75	0,55	0,6	0,3	0,08

Prije samog zavarivanja putanja pištolja za zavarivanje je provjerena na praznom radu (bez električnog luka) i ploče su privarene na krajevima u dužini od 30 mm. Nakon što se test pokazao zadovoljavajućim robot može početi zavarivati.

#### 4. SKENIRAJUĆI ELEKTRONSKI MIKROSKOP

Skenirajući elektronski mikroskop (SEM) koristi fokusiranu zraku visoko energetski nabijenih elektrona za generiranje različitih signala sa površine uzorka. Signali koji se dobiju od odbijenih elektrona sa površine uzorka daju informacije o samom uzorku. Informacije se sastoje od teksture površine (topografije), kemijskog sastava, strukture kristala i orijentacije elemenata od kojih je sačinjen materijal.

Informacije koje se dobivaju o materijalu su dvodimenzionalne (2D) i obično se odnose na manji dio površine uzorka koji se promatra. Te vrijednosti se najčešće kreću od  $5\mu\text{m}$  do  $1\text{cm}$  dužine i od 20X pa sve do 300000X povećanja (rezolucija od 50 do 100 nm) ovisno o kvaliteti mikroskopa. Ujedno mikroskop je u stanju dati i informacije o malom području na materijalu što je vrlo korisno kod kvantitativnih analiza materijala [Slika 5].



Slika 5. Shema skenirajućeg elektronskog mikroskopa

Kvantitativne informacije koje se mogu dobiti sa SEM-om:

- Kemijski sastav (EDS),
- Struktura i orijentacija kristala (EBSD).

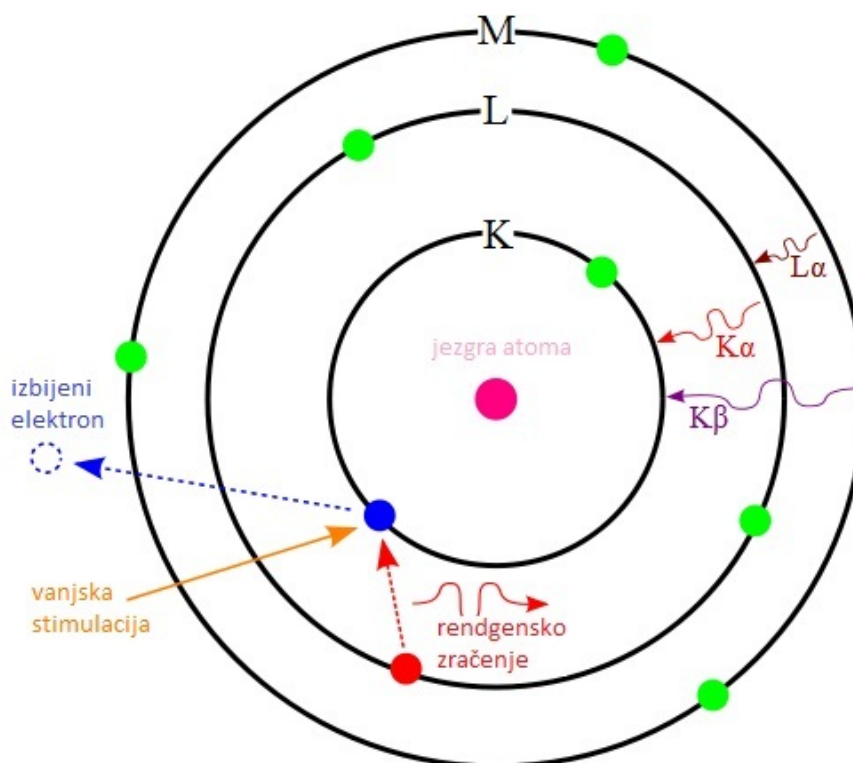
Mikroskop s obzirom na konstrukciju i namjenu ima puno sličnosti sa EPMA (engl. "*Electron probe micro-analyser*"). [7]

#### 4.1. EDS analiza uzoraka

EDS (engl. "*Energy dispersive X-rayspectroscopy*") je analitička metoda određivanja sastava. Princip se sastoji na usporedbama interakcija između rendgenskih zraka (engl. "*X-ray*") i promatranog uzorka. Temelji se na zakonitosti da svaki element u PSE („Periodni sustav elemenata“) ima jedinstvenu strukturu atoma koja prouzrokuje jedinstveni vršni odziv rendgenskih zraka prilikom interakcije sa promatranim uzorkom. Da bi došlo do stimulacije jedinstvenogrendgenskog zračenja na promatranom uzorku, fokusirana zraka elektrona, protona ili rendgenskih zraka udara na površinu uzorka. Kada uzorak nije stimuliran njegov raspored elektrona u ljuskama atoma je u stanju ravnoteže. Kada se atomi stimuliraju može doći do uzbude elektrona u unutarnjoj ljusci i pritom do njegovog skoka u iduću (vanjsku) ljusku. Pritom u unutarnjoj ljusci ostaje rupa na mjestu gdje se taj elektron nalazio. Elektron u vanjskoj ljusci tada „skače“ u unutarnju ljusku i popunjava nastalu prazninu i u procesu oslobađa rendgenske zrake. Količina i energija rendgenskih zraka se zatim mjeri spektrometrom. S obzirom da je energija svake rendgenske zrake karakteristična ovisno o ljusci gdje se dogodio skok i kemijskom elementu od kojeg je emitirana rendgenska zraka to nam omogućuje mjerenje kemijskog sastava uzorka [Slika 6].

EDS se dakle sastoji od 4 glavne komponente:

- Izvor uzbude (zraka elektrona),
- Detektor rendgenskih zraka,
- Pulsni procesor i
- Analizator.



**Slika 6. Stimulacija elektrona kod EDS mjerenja**

Detektor služi za pretvorbu rendgenskih zraka u signale napona. Nakon pretvorbe signali se šalju u pulsni procesor koji mjeri signale i šalje ih dalje u analizator koji ih analizira i proslijeđuje na ekran kompjutera. Najčešće korišteni detektor u današnje doba je Si(Li) detektor koji se hladi na vrlo niske temperature sa tekućim dušikom. Zadnje verzije uređaja koje su izašle na tržište koriste klizne silicijske detektore (engl. "*Silicon drift detectors*" - SDD) u kombinaciji sa „Peltier“ sustavom hlađenja.

EDS spektar može biti pod raznim utjecajima. Mnogi elementi imaju prekrivajuće vršne vrijednosti (kao npr.  $Ti\ K_{\beta}/VK_{\alpha}$  i  $MnK_{\beta}/FeK_{\alpha}$ ). Greška se može pojaviti i zbog generiranja rendgenskih zraka od atoma koji su u blizini mjerenja a dovoljno su uzbuđeni (iako nenamjerno). Njihova uzbuda je posljedica rendgenskog zračenja u svim smjerovima unutar materijala. To nam dodatno smanjuje točnost i rezoluciju i uvelike ovisi i o gustoći promatranog uzorka (pogotovo kod nehomogenih uzoraka). Da bi što je moguće više neutralizirali tu pojavu potrebno je imati što je moguće veću energiju primarnog snopa elektrona sa kojima udaramo u površinu uzorka. [8]

## 5. KARAKTERIZACIJA MIKROSTRUKTURE ZAVARA ČELIKA X80 – EKSPERIMENTALNI DIO

Osnovni materijal je unaprijed određenog sastava [Tablica 3] koji je isti za sve uzorke. [6]  
Uzorak je prije analize potrebno adekvatno pripremiti.

**Tablica 3. Mikrostruktura čelika X80**

Kemijski element	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Ni	Mo	Cu	V
Maseni udio (%)	0,065	0,33	1,97	0,015	0,0004	0,034	0,17	0,18	0,002	0,09	0,001

Kemijski element	Nb	Ti	N	B	PCm
Maseni udio (%)	0,062	0,004	0,0037	0,0009	0,19

Priprema uzorka se provodi tako da se uzorak prvo strojno izreže na adekvatne dimenzije. To je nužno napraviti pri malim brzinama rezanja sadijamantnom reznom pločom i sa dodatnim hlađenjem da ne bi došlo do promjenemikrostrukture prilikom rezanja uzoraka.

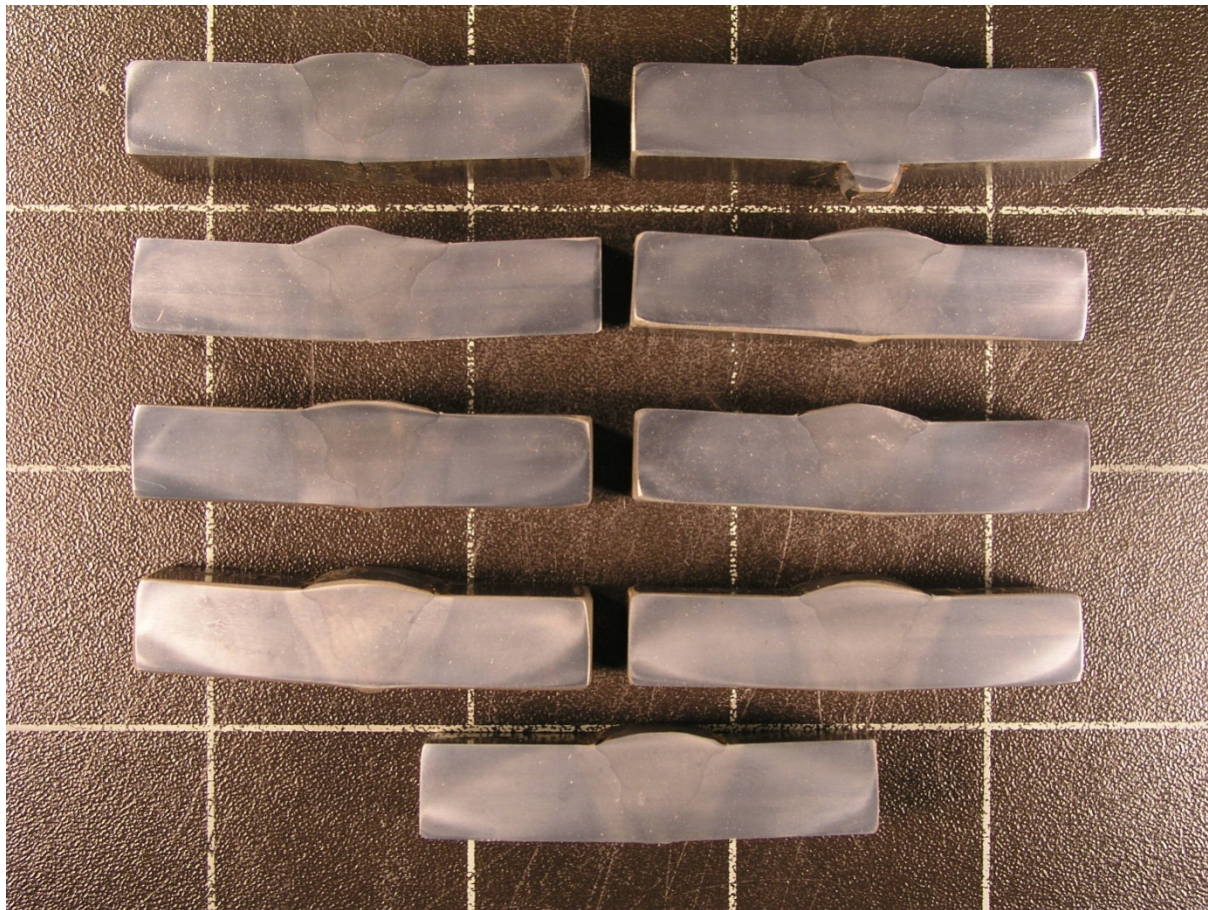
Brazde na uzorku (dobivene nakon rezanja uzorka) moraju se eliminirati. To se provodi sa SiC brusnim papirima od grubljeg (veličina zrna: 120) prema sve finijem (veličina zrna: 1200). Brušenje se odvija pri 300 o/min. Na kraju kada brazde više nisu vidljive na uzorku, uzorak se čisti sa vatom natopljenom u alkoholu da bi se sa površine uzorka uklonile čestice materijala i brusnog papira koje su ostale na površini nakon brušenja.

Poliranje se vrši strojno sa dijamantnom pastom do zrcalnog površinskog stanja. Prije nagrizanja uzorak je ispran u alkoholu i kvaliteta poliranja je provjerena na svjetlosnom mikroskopu.

Slijedi nagrizanje površine uzorka sa Nitalom u vremenskom periodu od 3 sekunde. Nakon kratkog nagrizanja površina uzorka se ispiru u vodi i čisti sa alkoholom. Uzorci su tada spremni za analizu [Slika 7]. Uzorci su analizirani prvo na svjetlosnom mikroskopu [Slika 8] a nakon toga na skenirajućem elektronskom mikroskopu [Slika 9].



Svjetlosni mikroskop nam daje bolji uvid u makrostrukturu i mikrostrukturu pri malim povećanjima. Kod njega nije moguće dobro vidjeti topografiju površine i koristiti ga za veća povećanja od 1000X.



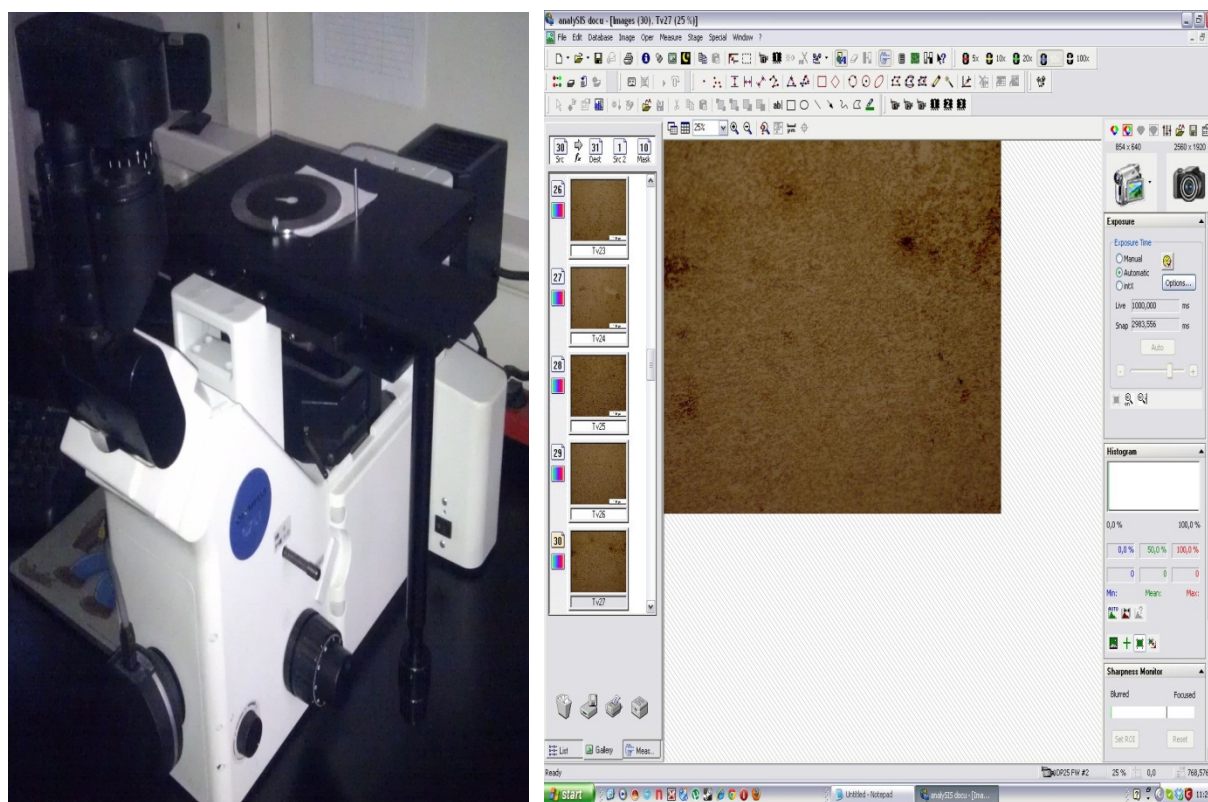
**Slika 7. Izgled zavora uzoraka nakon pripreme za laboratorijsko ispitivanje**

Elektronski mikroskop nam izvrsno prikazuje topografiju površine, mikrostrukturu pri vrlo velikim povećanjima i omogućava EDS analizu sastava ispitivanog uzorka.

Svaki uzorak ima posebne parametre zavarivanja, samo uzorci 7, 8 i 9 imaju iste parametre. Ta zadnja tri uzorka služe za međusobnu usporedbu rezultata mjerenja i analize. Parametri zavarivanja svih uzoraka su prikazani u tablici 4.

**Tablica 4. Parametri zavarivanja svih ispitnih uzoraka**

Broj uzorka	Plin (%CO <sub>2</sub> u Ar)	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
1	8	12	80
2	28	12	80
3	18	8,64	80
4	18	15,36	80
5	18	12	21
6	18	12	138,8
7	18	12	80
8	18	12	80
9	18	12	80

**Slika 8. Svjetlosni mikroskop Olympus GX51 – lijevo****Kompjutorski program analySIS za analizu na svjetlosnom mikroskopu – desno**



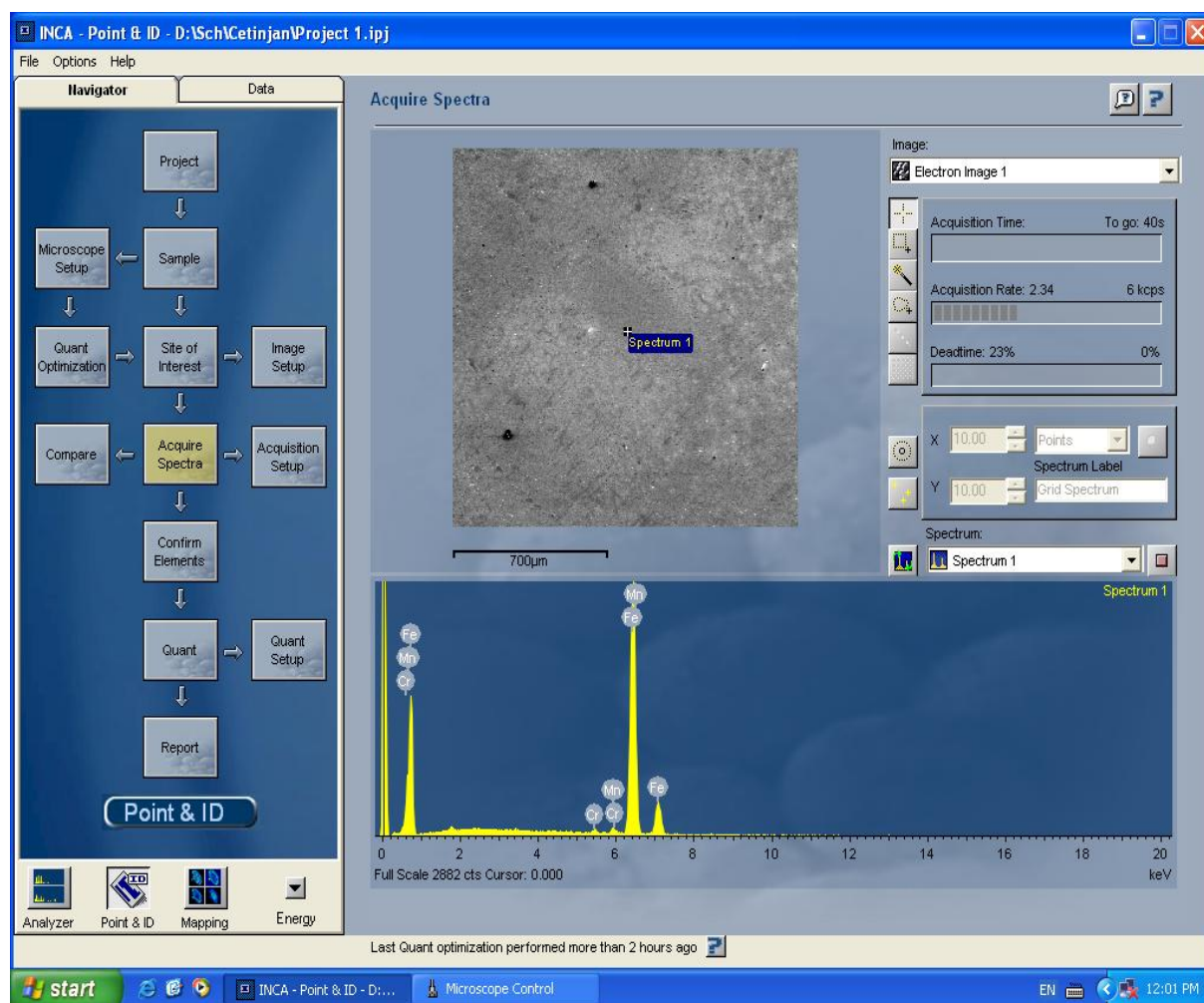


**Slika 9. Skenirajući elektronski mikroskop (SEM) – lijevo  
Vakuumska komora SEM-a sa uzorcima za ispitivanje – desno**

Ispitivanja na skenirajućemelektronskom mikroskopu koja su objašnjena u ovom diplomskom radu napravljena su na idućim povećanjima:

- Linijska analiza: 34X povećanje,
- Točkasta analiza: 100X povećanje,
- Topografija površine uzorka: 4000X.

Za linijsku i točkastu EDS analizu uzoraka je korišten „Inca“ kompjuterski program [Slika 10]. Linijske i točkaste analize su napravljene sa „Backscetter“detektorom dok su topografije površine napravljene sa sekundarnim detektorom elektrona.



Slika 10. EDS analiza u „Inca“ kompjutorskom programu

### 5.1. Uzorak br. 1

Prvi uzorak (laboratorijske oznake „93“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

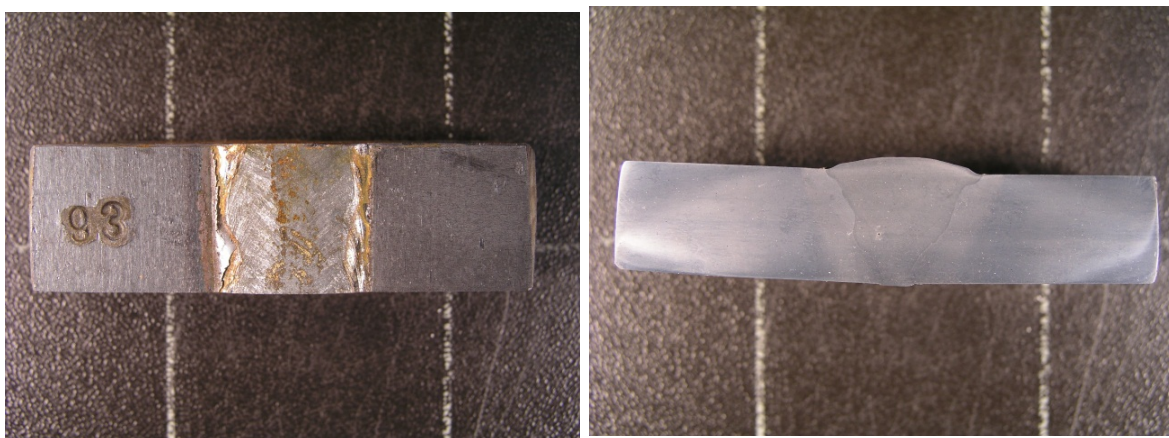
**Tablica 5. Parametri zavarivanja prvog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
1	8	12	80

Parametri zavarivanja su drugačiji za svaki materijal, ali je osnovni materijal isti kod svakog uzorka. Osnovni materijal svakog uzorka je prethodno zavarivanju biopredgrijavan [Tablica 5].

Parametri predgrijavanja su bili isti za svaki pokus (1 - 9) i iznosili su 80°C osim za pokuse pod rednim brojem 5 i 6<sup>1</sup>.

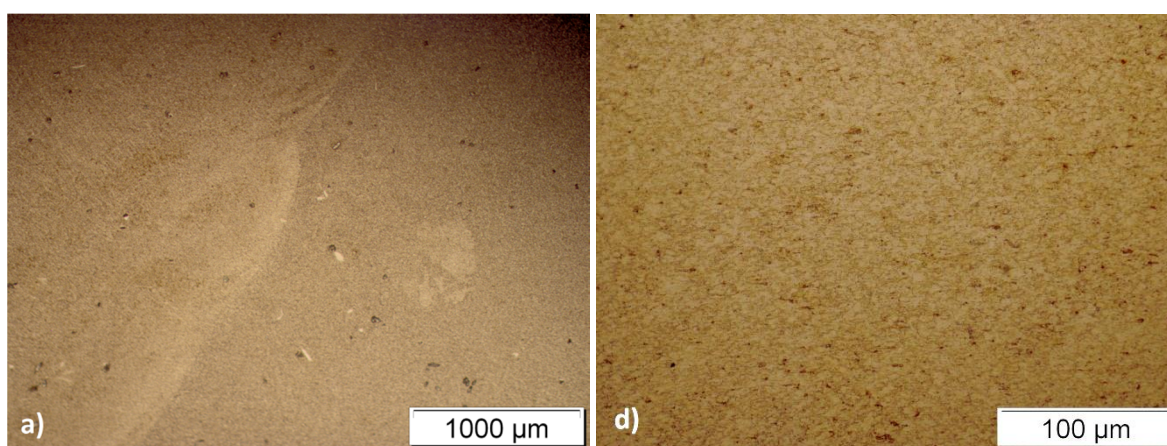
Vidljivo je da je robot geometrijski napravio izvrstan zavar [Slike 11]. Gledano golim okom nisu vidljive nikakve poroznosti niti velike količine neželjenih uključina.



Slika 11. Izgled površine uzorka 1 nakon nagrivanja u Nitalu

#### 5.1.1. Mikrostruktura uzorka 1 gledana svjetlosnim mikroskopom

Svjetlosni mikroskop koji je korišten za analizu je Olympus GX51 sa dva različita objektivna koji su davali povećanja 50X i 500X.

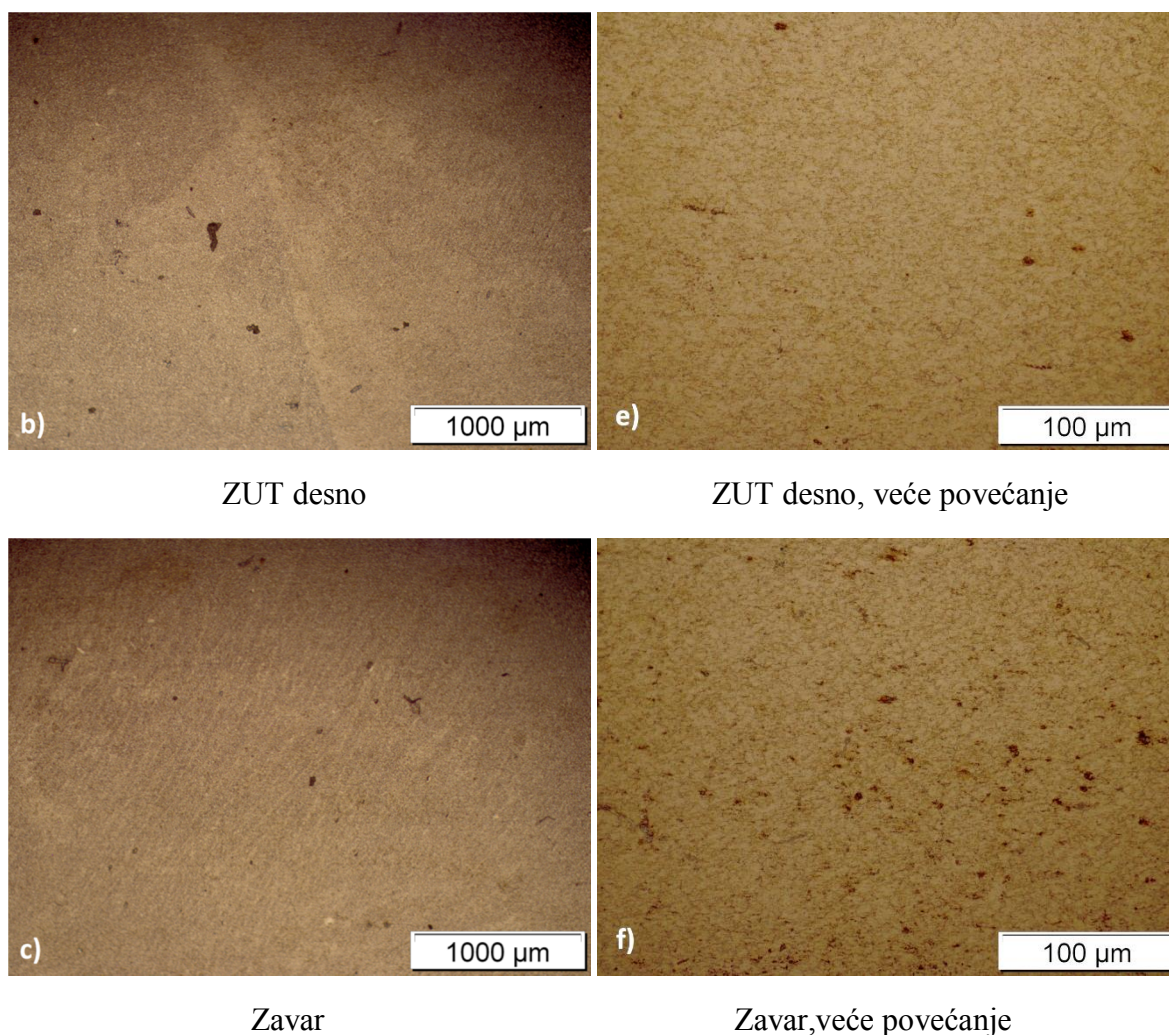


ZUT lijevo

ZUT lijevo, veće povećanje

<sup>1</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]





**Slika 12. Mikrostruktura uzorka 1,svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

Crne točke koje se vide na uzorcima su površinska oksidacija željeza. Usprkos tome što je analiza napravljena u kratkom intervalu nakon pripreme uzoraka, svejedno se pojavila nagla oksidacija koja je iz dana u dan postajala sve izraženija [Slika 12,d,e,f].

Iz toga se da zaključiti da je materijal X80 vrlo podložan oksidiranju u kratkim vremenskim razdobljima od samo nekoliko dana.

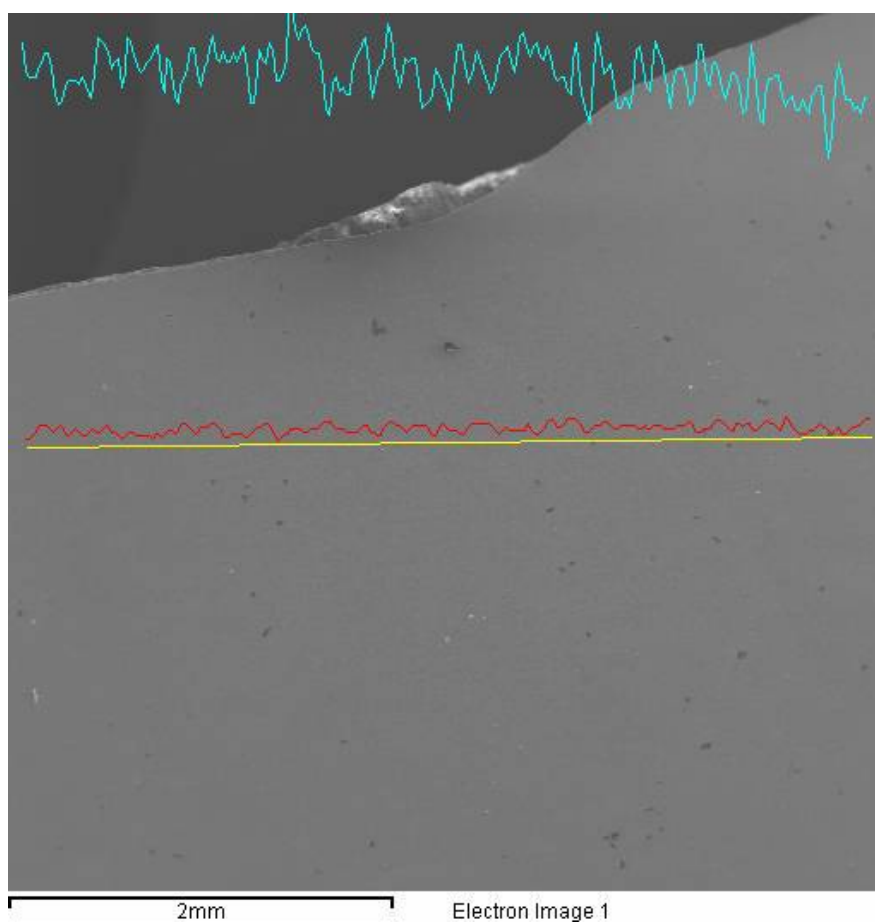
SEM analiza je napravljena na „OXFORD INSTRUMENTS INCA X-SIGHT model 7435“ mikroskopu sa „Inca“ kompjuterskim programom [Slika 10].

### 5.1.2. Linijska EDS analiza uzorka 1

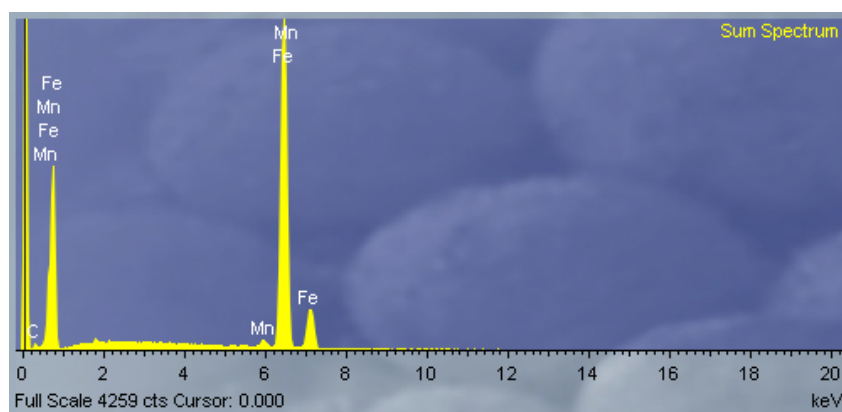
Parametri elektronskog mikroskopa:

- Tlak komore:  $9,7e^{-2}$  Pa,
- Tlak kolone:  $6,0e^{-2}$  Pa,
- Napon: 20,0 kV,
- Veličina točke: 218,6 nm,
- Povećanje 7,68 kx.

Linijska analiza duljine 4mm nam je pokazala grafički prikaz dva najzastupljenija elementa. U ovom slučaju to su željezo i mangan. Isto tako je vidljivo da što se više približavamo području zavora postotni udio željeza i mangana u leguri to više opada, što je rezultat razlike kemijskog sastava osnovnog materijala i dodatnog materijala [Slika 13].



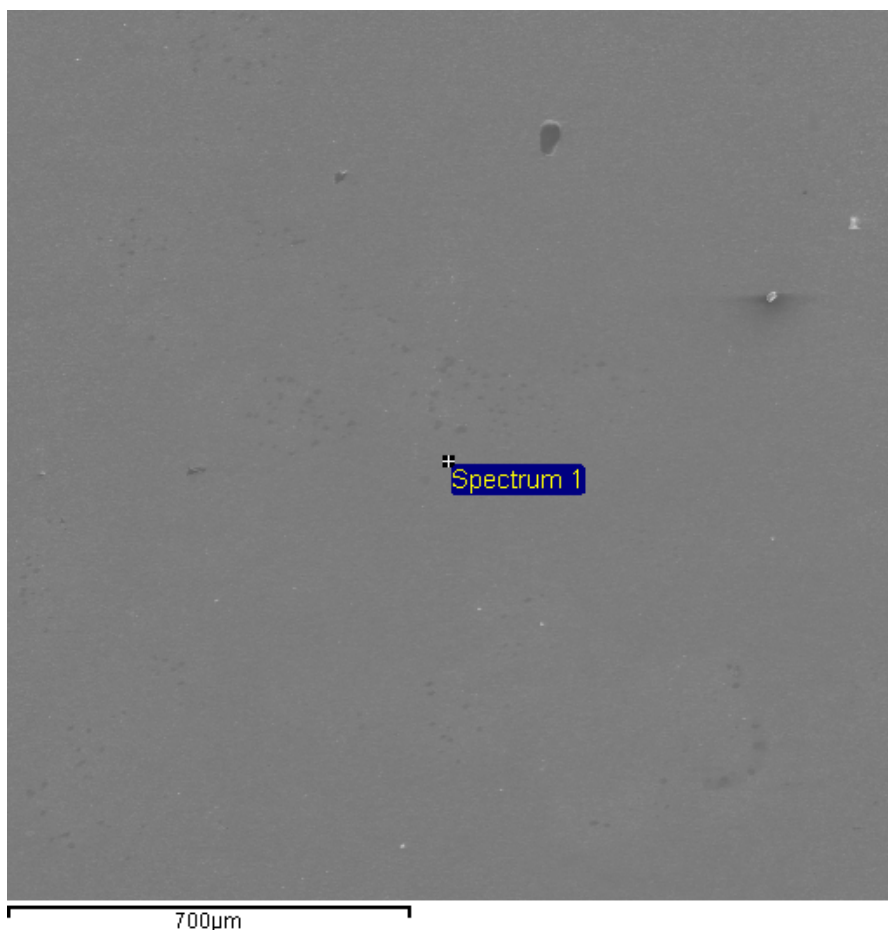
Slika 13. Područje linijske analize uzorka 1

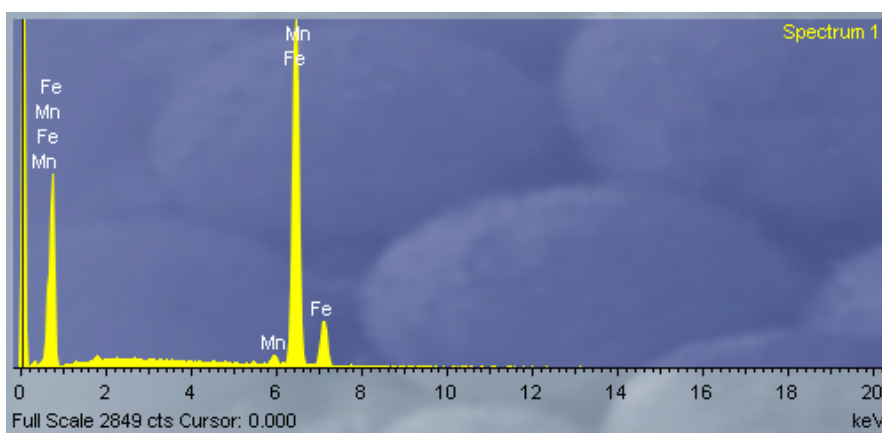


**Slika 14. Linijska EDS analiza uzorka 1**

Iz slike je vidljivo da je EDS analiza potvrdila da je u materijalu najveća zastupljenost Fe i Mn [Slika 14].

#### **5.1.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 1 – Osnovni materijal (OM)**





**Slika 15. Točkasta EDS analiza osnovnog materijala uzorka 1**

Iz točkaste analize je vidljivo da su najzastupljeniji elementi u leguri željezo i mangan.

Zbog jednake temperature predgrijavanja osnovnog materijala, prikazana mikrostruktura [Slika 15] vrijedi za sva stanja pokusa osim za pokuse rednog broja 5 i 6.

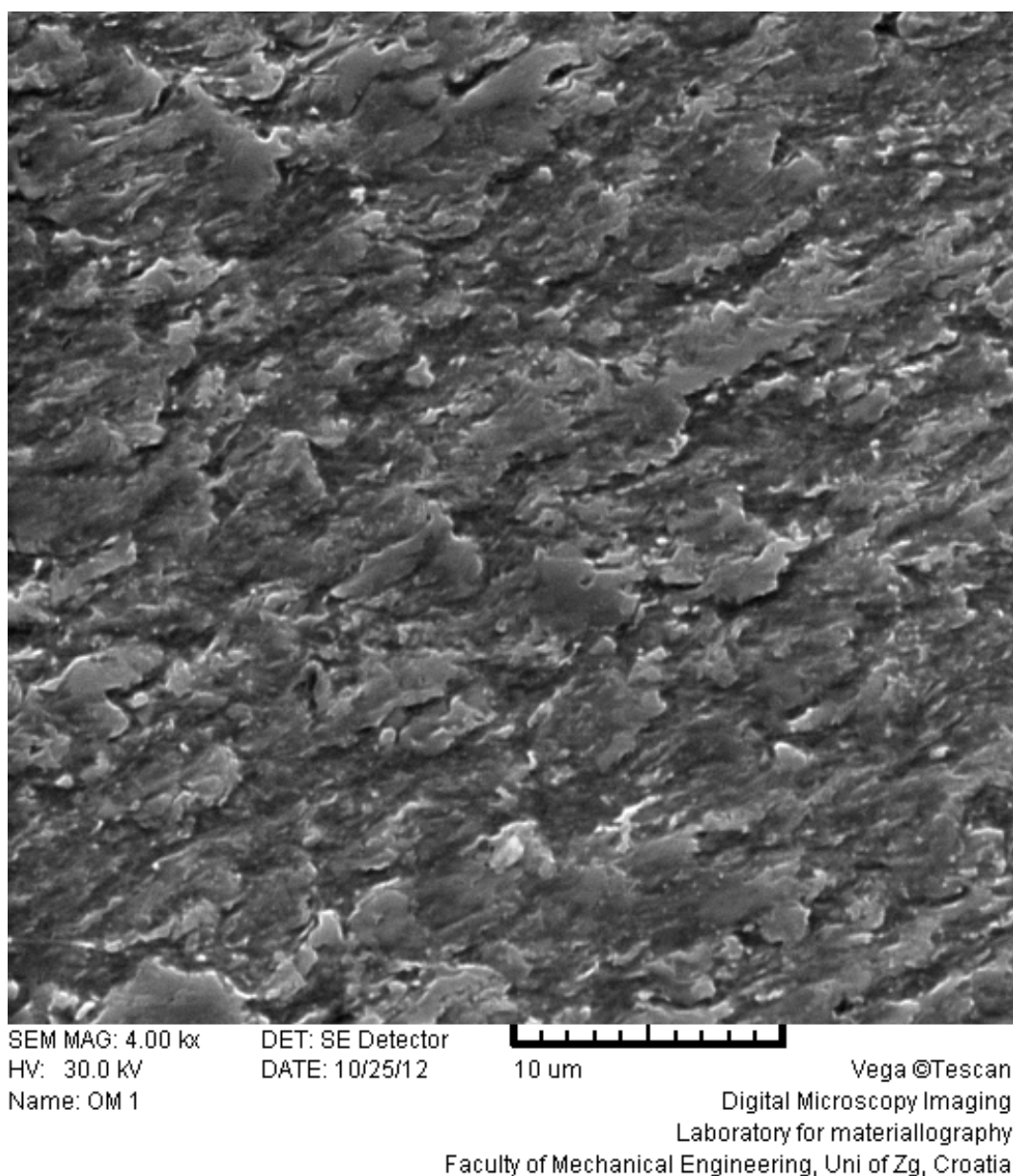
Osnovni materijal je isti za svaku analizu (1-9) pa prema tome sastav čelika koji je dobiven EDS metodom vrijedi za svaki uzorak.

Treba napomenuti da je prilikom EDS analize svih uzoraka ugljik zanemaren.

**Tablica 6. Sastav osnovnog materijala čelika X80 dobiven točkastom EDS metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,20	2,24
Ostalo	97,80	97,76

Pod ostalo se smatraju željezo, ugljik i svi drugi kemijski elementi kojima je udio u materijalu bio ili premalen ili su presitni za minimalnu rezoluciju elektronskog mikroskopa. U najčešćem slučaju se tu ipak radi o željezu i ugljiku [Tablica 6].



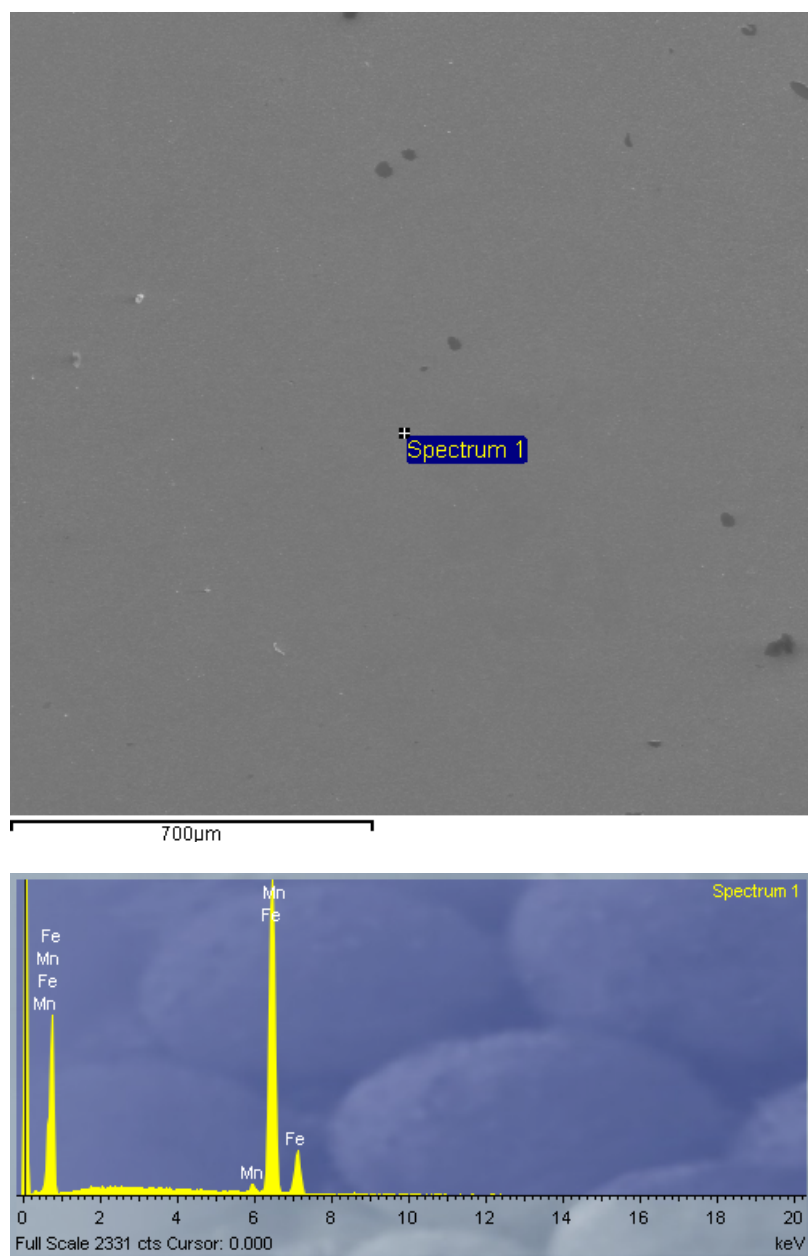
**Slika 16. Izgled mikrostrukture osnovnog materijala uzorka 1 analiziranog SEM-om**

Iz mikrostrukture osnovnog materijala gledane SEM-om su vidljiva zrna u mikrostrukтури materijala. S obzirom na povećanje vidljivo je da je struktura zrnata bez ikakvih pora ili uključaka u strukturi materijala. Prema tome možemo zaključiti da je osnovni materijal zadovoljavajuće kvalitete proizvodnje [Slika 16].



#### 5.1.4. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 1 – Zona utjecaja topline (ZUT)

Točkasta analiza prvog uzorka u području ZUT-a je prikazala standardni sastav čelika X80 [Slika 17].

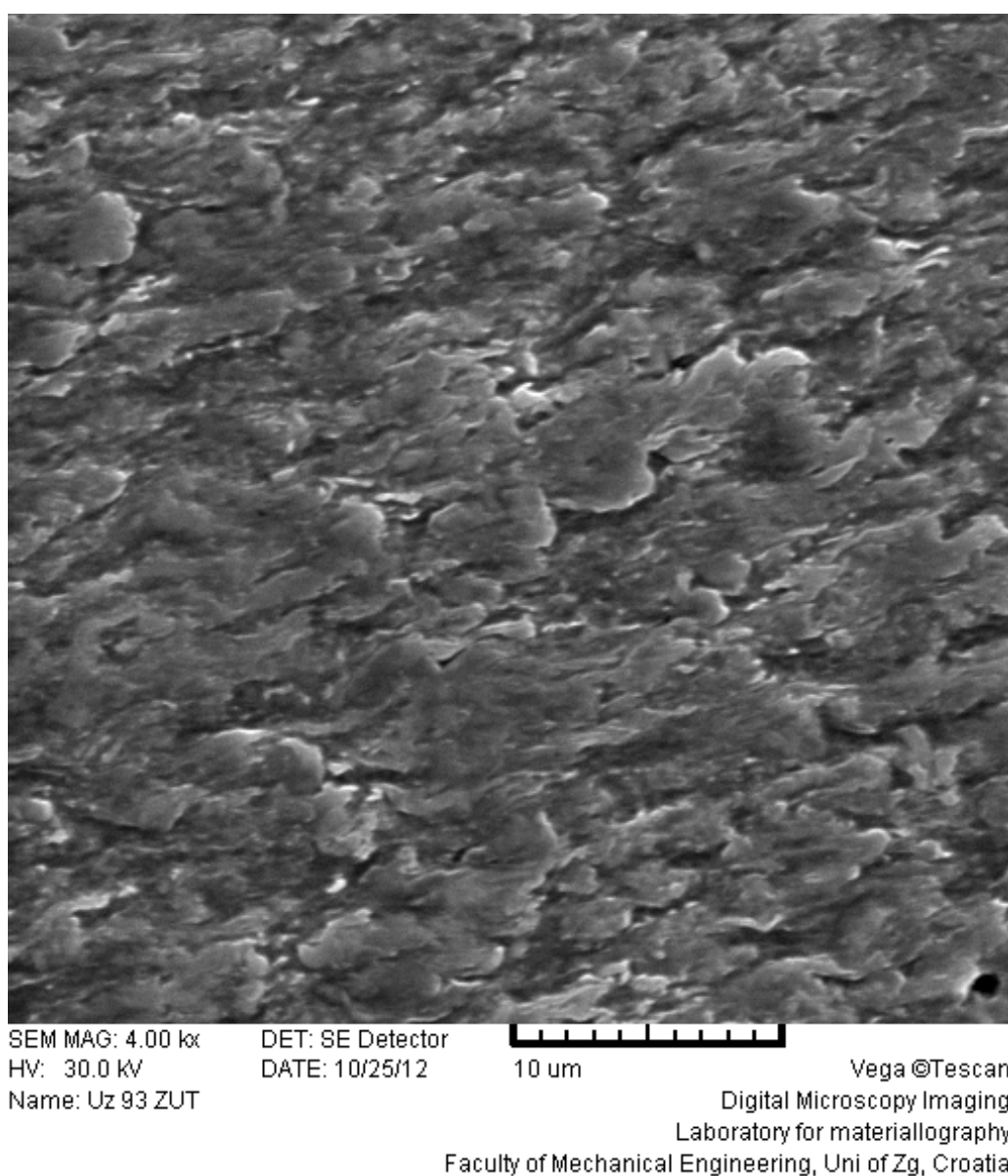


Slika 17. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 1

**Tablica 7. Sastav ZUT-a uzorka 1 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,08	2,12
Ostalo	97,92	97,88

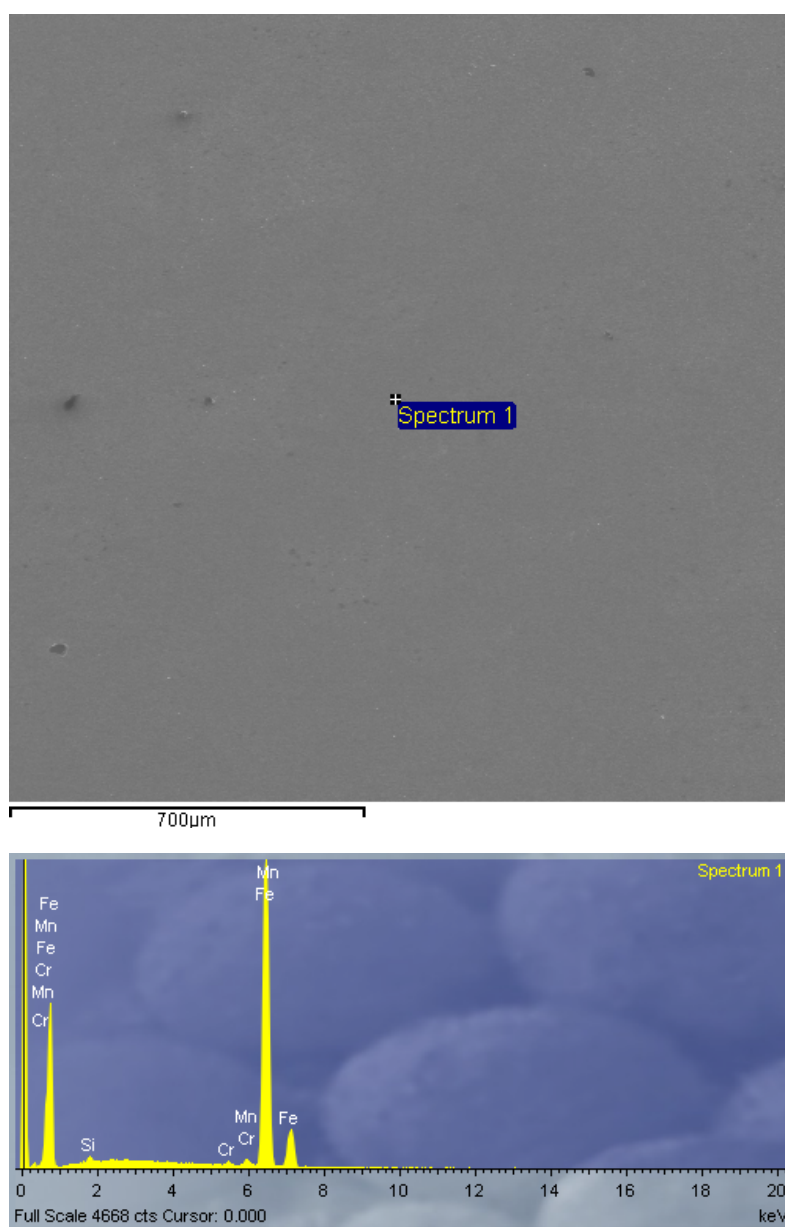
Dobivene vrijednosti točkaste analize ZUT-a pokazuju mali pad količine mangana. Količina manga u uzorku se to više smanjuje što se više približavamo zavaru [Tablica 7]. To je logično zato što se više prelazi iz zone ZUT-a u zonu zavaru to je veći utjecaj dodatnog materijala.

**Slika 18. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 1 analiziranog SEM-om**

Mikrostruktura ZUT-a uzorka 1 pokazuje rast veličine zrna osnovnog materijala, što je posljedica unosa topline u materijal prilikom zavarivanja.

Nije vidljiva nikakva veća količina pora ili uključakau mikrostrukturi materijala [Slika 18].

#### 5.1.5. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 1 – Područje zavara



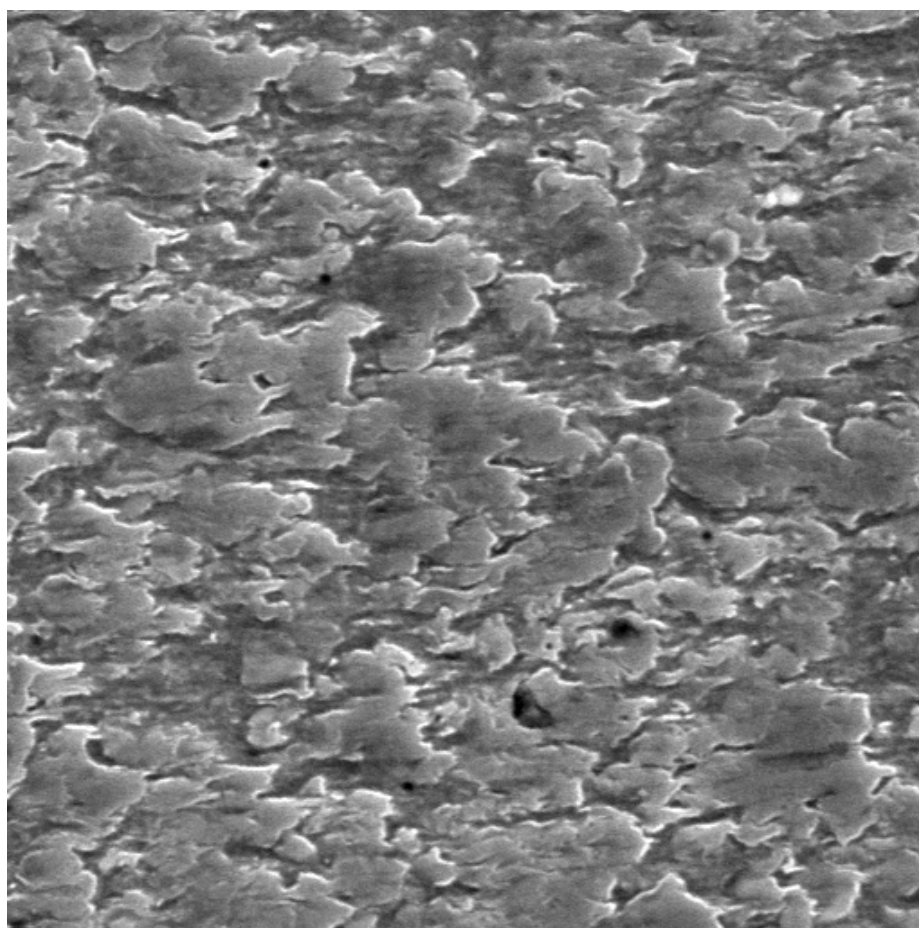
Slika 19. Točkasta EDS analiza zavara uzorka 1

U samom zavaru materijala pojavljuju se novi elementi: Cr i Si [Slika 19]. Oni su rezultat dodatnog materijala (žice) koji je služio za zavarivanje uzoraka. Pojava kroma povoljno utječe na zaštitu od korozije.

Točkaste analize zavara su napravljene da bi se lakše došlo do zaključka da li ima razlike u distribuciji elemenata. S obzirom na rezultate možemo zaključiti da nema razlike u distribuciji elemenata u samom području zavara, u odnosu na male razlike u ZUT-u [Tablica 8].

**Tablica 8. Sastav zavara uzorka 1 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,69	1,36
Cr	0,59	0,63
Mn	1,53	1,54
Ostalo	97,19	96,46



SEM MAG: 4.00 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 93 Zavar lice

DET: SE Detector  
DATE: 10/25/12

10 um

Vega ©Tescan

Digital Microscopy Imaging

Laboratory for materiallography

Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 20. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 1 analiziranog SEM-om**



U samoj mikrostrukturi zavora je vidljivo najveće povećanje zrna [Slika 20]. To je posljedica zavarivanja i najvećeg unosa topline u odnosu na druga mjesta na uzorku. Nadalje treba napomenuti da točkasta analiza ZUT/ZUT i zavar/zavar nije pokazala veće razlike u kemijskom sastavu, dok je linijska metoda pokazala.

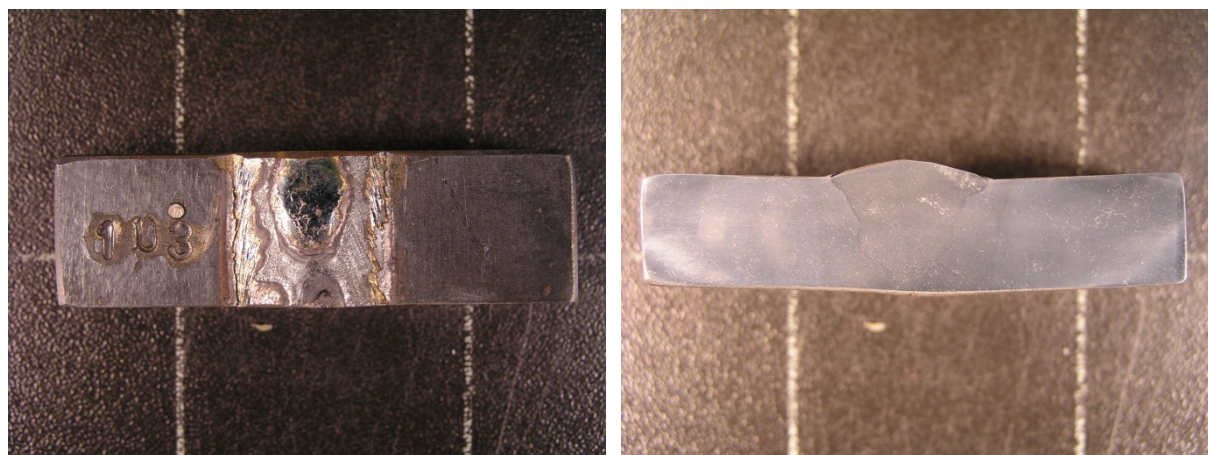
## 5.2. Uzorak br. 2

Drugi uzorak (laboratorijske oznake „103“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 9. Parametri zavarivanja drugog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
2	28	12	80

Drugi uzorak se od prvoga razlikuje samo po povišenom postotku CO<sub>2</sub> u argonu [Tablica 9]. To je imalo utjecaja na smanjenje udarnog rada loma<sup>2</sup> ali ne i na izgled mikrostrukture materijala.

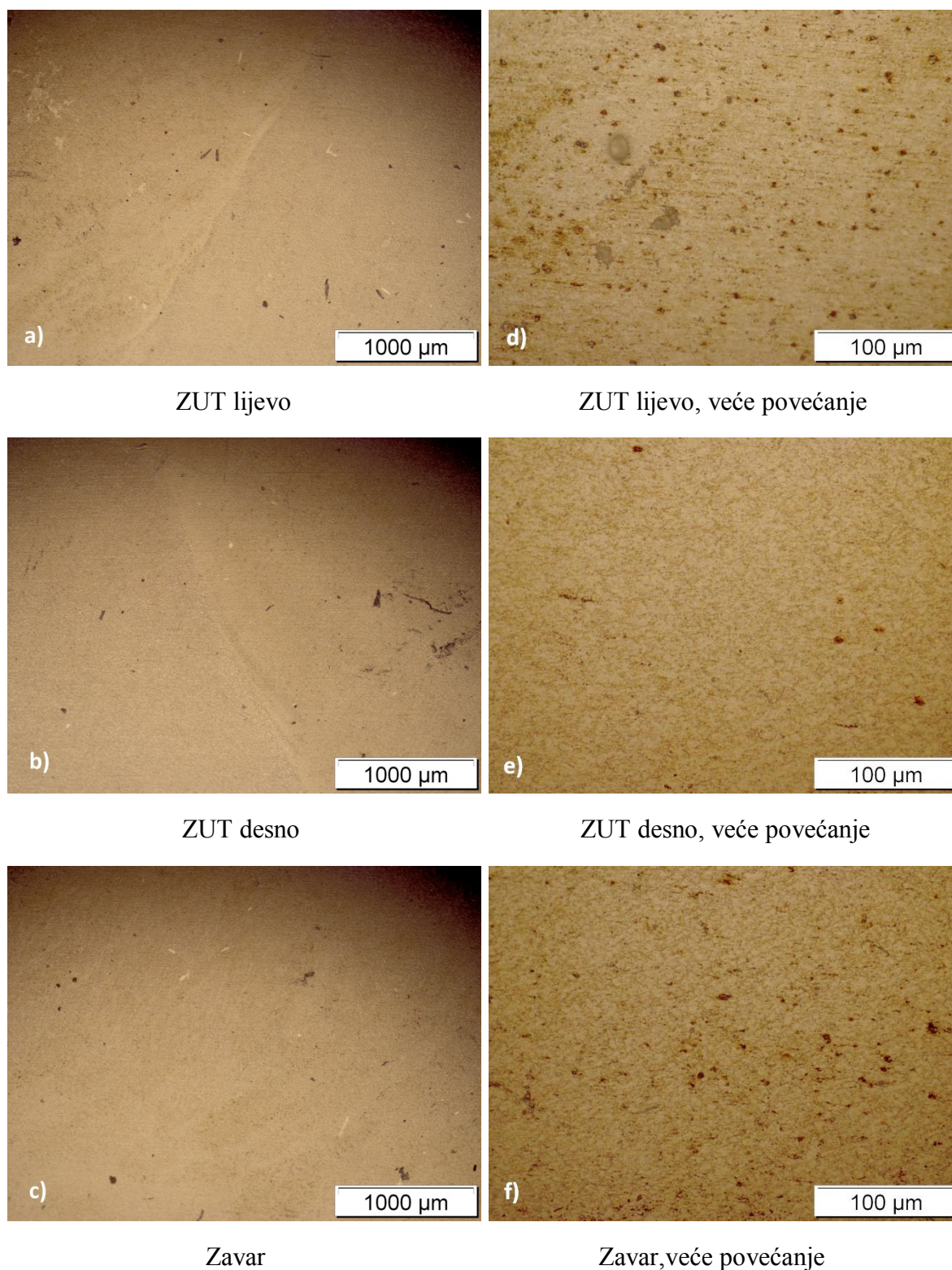


**Slika 21. Izgled površine uzorka 2 nakon nagrivanja u Nitalu**

Zavar ima dobru geometriju bez vidljive poroznosti [Slika 21].

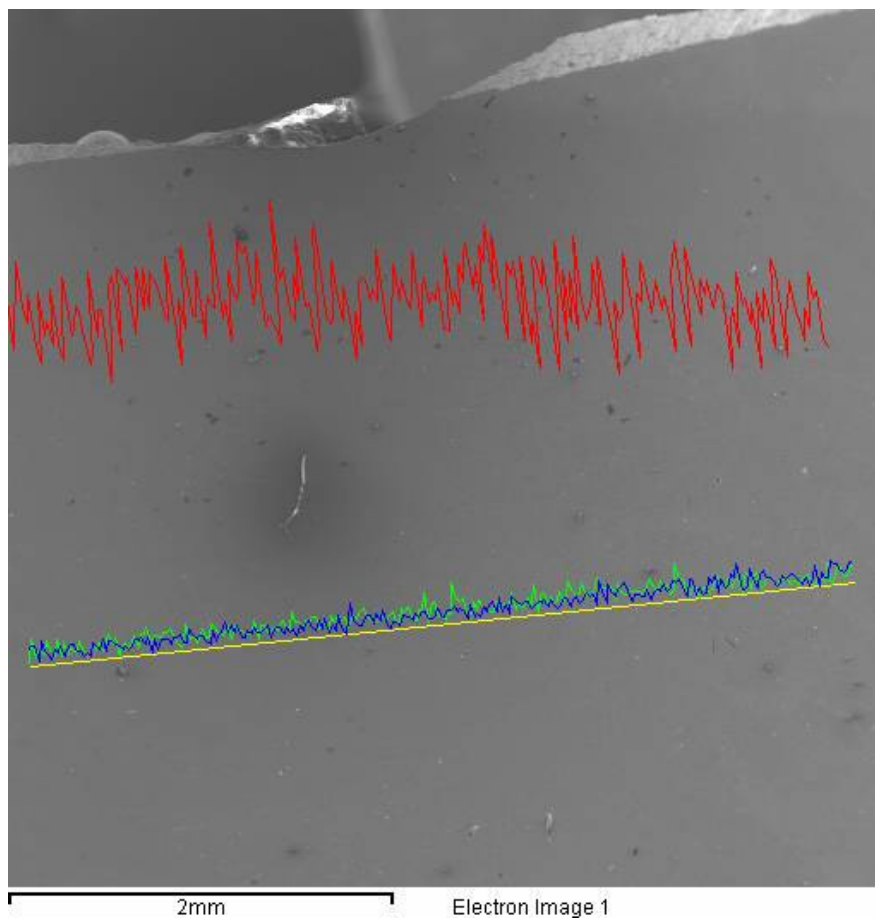
Na mikrostrukturi zavora drugog uzorka gledanoj svjetlosnim mikroskopom nisu vidljive nikakve greške u zoni ZUT-a kao ni u samom zavaru [Slika 22].

<sup>2</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]



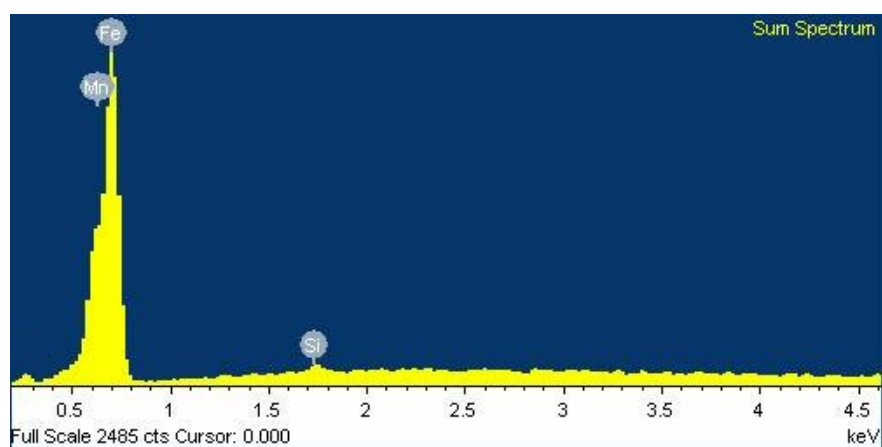
**Slika 22. Mikrostruktura uzorka 2, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

### 5.2.1. Linijska EDS analiza uzorka 2



**Slika 23. Područje linijske analize uzorka 2**

Linijska analiza drugog uzorka pokazuje konstantan pad udjela željeza u materijalu što se više približavamo samom zavaru [Slika 23].



**Slika 24. Linijska EDS analiza uzorka 2**



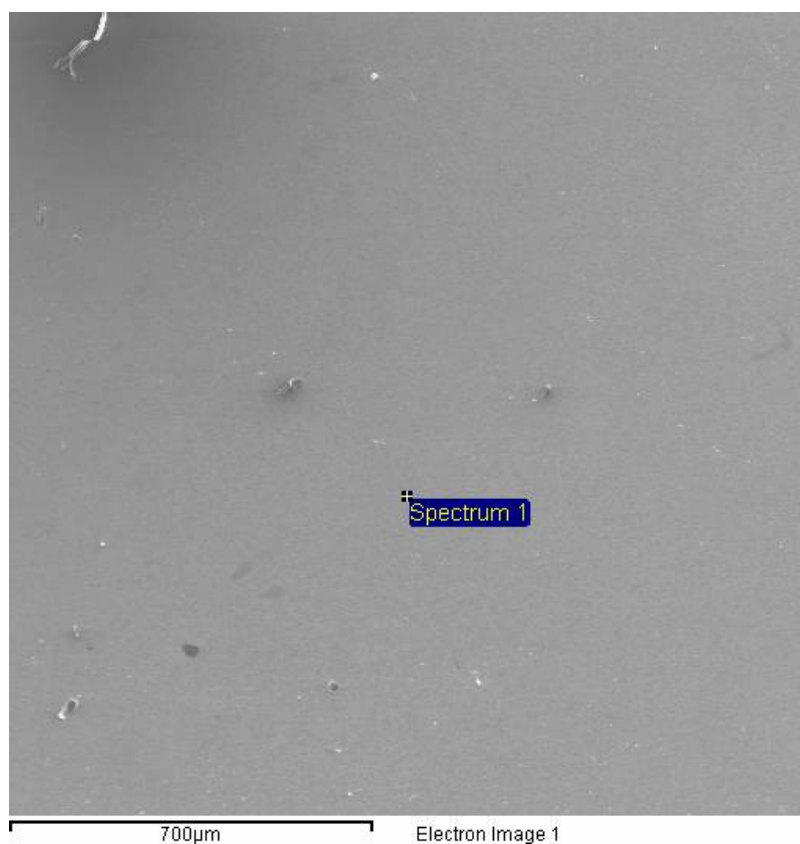
Ponekad se događa da uređaj nije u stanju detektirati sve elemente koji se nalaze u uzorku bilo da je to zbog rezolucije ili premale količine u materijalu.

U ovom slučaju uređaj je dodatno registrirao i silicij [Slika 24] što se nije dogodilo kod prethodnih analiza. Znamo da se u materijalu zavora pojavljuje još i krom ali je njegov udio u linijskoj analizi mali pa ne dolazi do izražaja [Tablica 10].

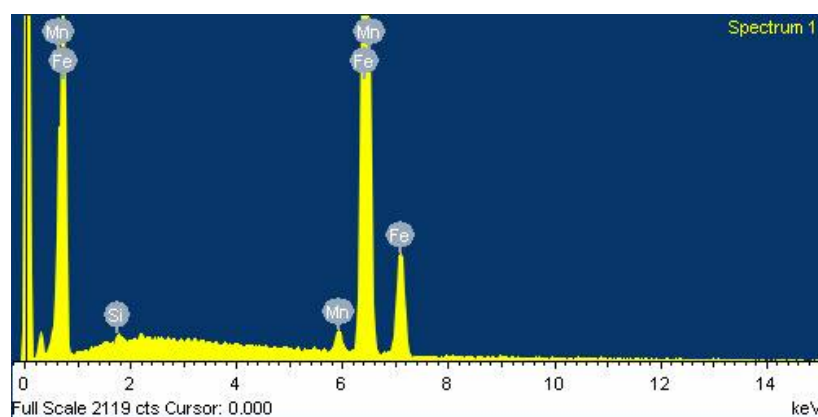
**Tablica 10. Sastav uzorka 2 dobiven linijskom EDS metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,37	0,74
Mn	2,17	2,20
Ostalo	97,45	97,06

#### 5.2.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 2 – Zona utjecaja topline (ZUT)





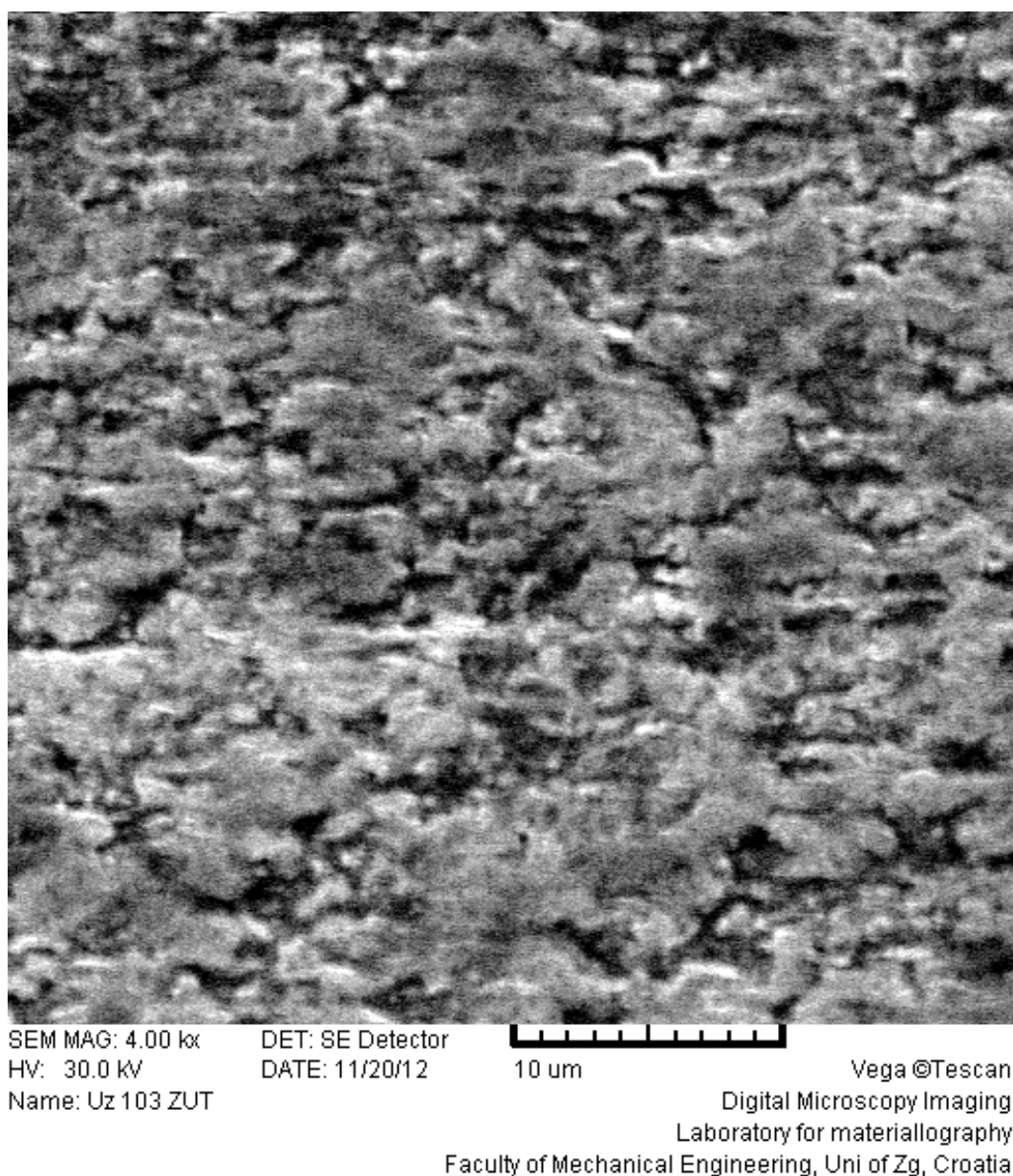


**Slika 25. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 2**

Kod uzorka 2 je u zoni ZUT-a manji udio mangana nego kod uzorka 1 [Slika 25]. Udio se razlikuje za pola posto pa to ne treba uzimati kao referencu. Još jedna od razlika u odnosu na prvi uzorak je i silicij kojeg je uređaj uspio registrirati usprkos njegovom vrlo malom udjelu u sveukupnom sastavu elemenata [Tablica 11].

**Tablica 11. Sastav ZUT-a uzorka 2 dobiven EDS točkastom metodom**

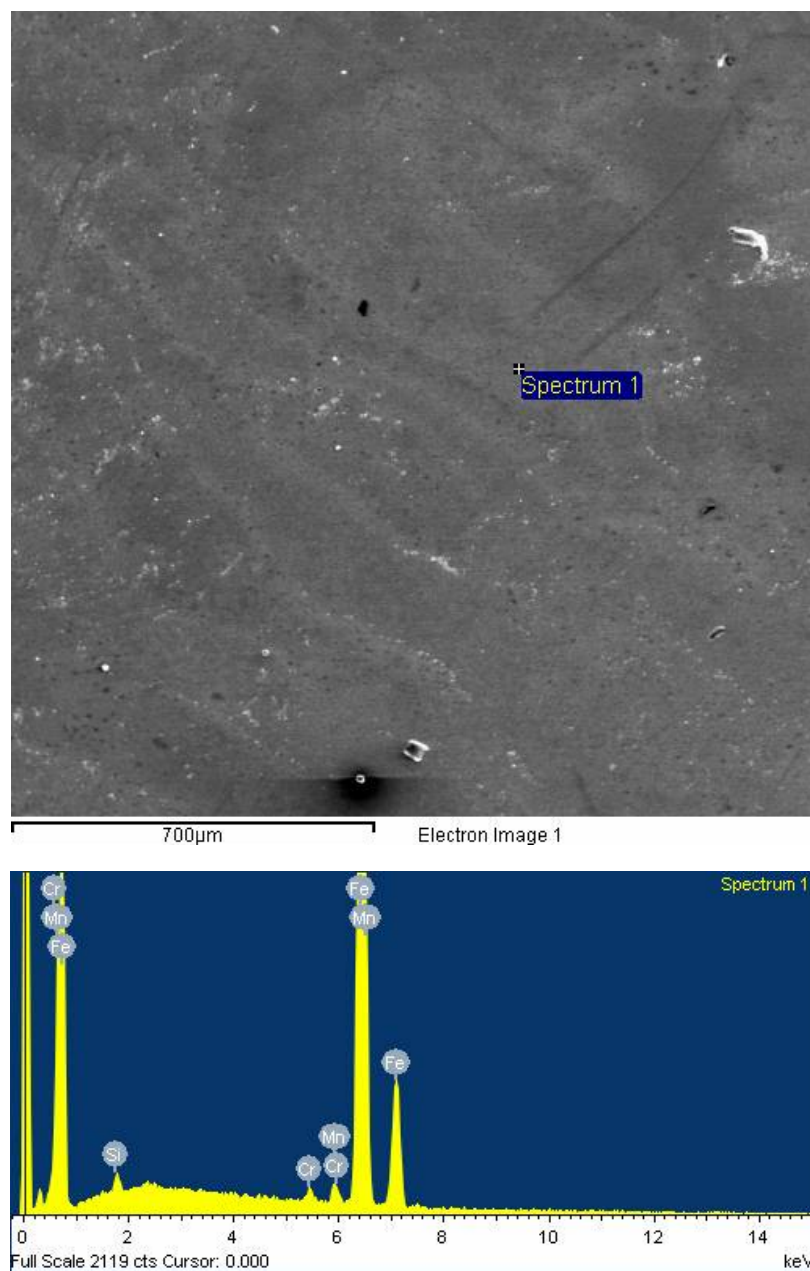
Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,51	1,01
Mn	1,93	1,95
Ostalo	97,56	97,04



**Slika 26. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 2 analiziranog SEM-om**

Vidljivo je povećanje zrna u području ZUT-a zbog dodatnog unosa topline u materijal prilikom zavarivanja. Nadalje u ZUT-u se ne vide nikakve veće poroznosti niti veća količina uključaka [Slika 26].

### 5.2.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 2 – Područje zavora



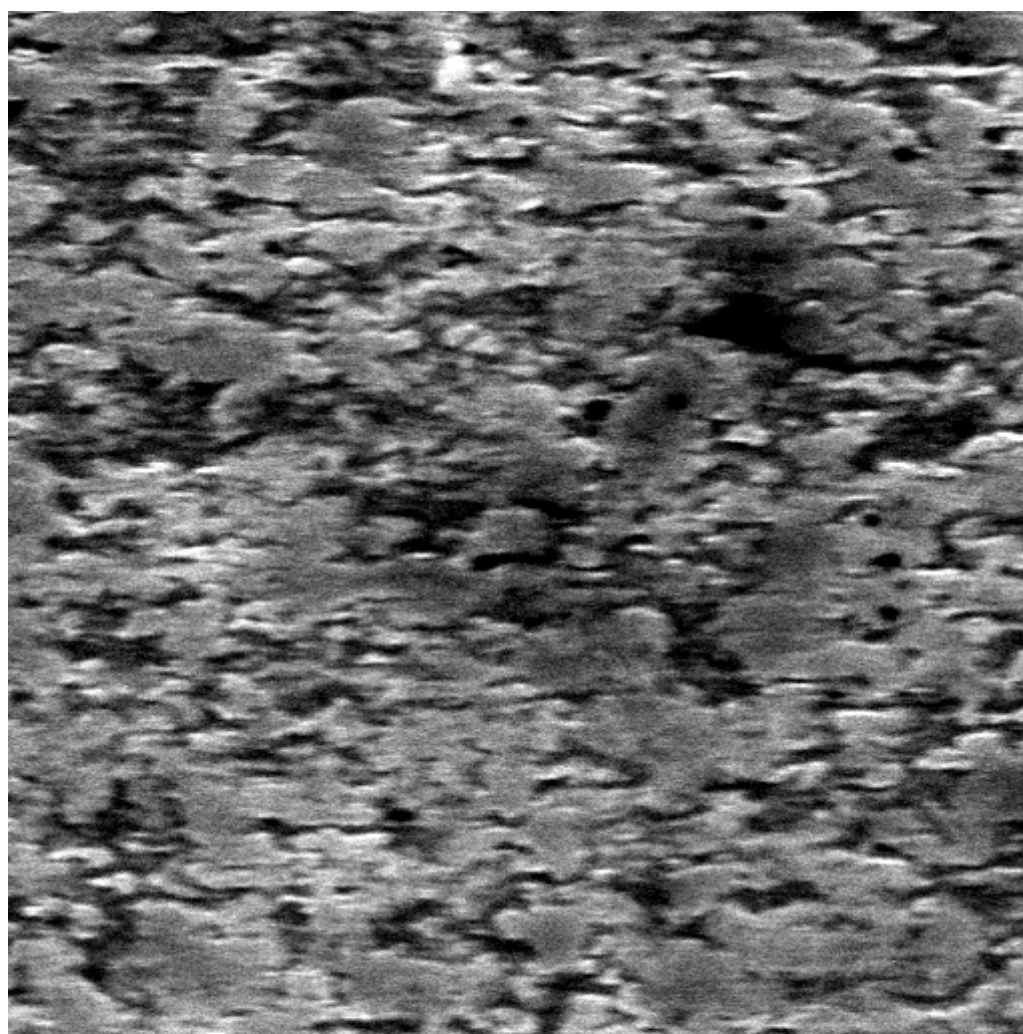
Slika 27. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 2

U zoni zavora dolazi do povećanja udjela mangana i kroma dok udjel silicija ostaje nepromjenjen u odnosu na isto mjesto u prvom uzorku [Slika 27] [Tablica 12]. Na topografiji mikrostrukture je vidljiva povećana količina pora na granicama zrna i uključina unutar samih zrna [Slika 28]. Daljnja analiza uključina za ovaj uzorak je napravljena u poglavlju 5.2.4.

**Tablica 12. Sastav zavara uzorka 2 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,69	1,36
Cr	0,70	0,74
Mn	1,60	1,61
Ostalo	97,02	96,28

U mikrostrukturu zavara drugog uzorka je vidljiva manja količina poroznosti [Slika 28].



SEM MAG: 4.00 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 103 Zavar

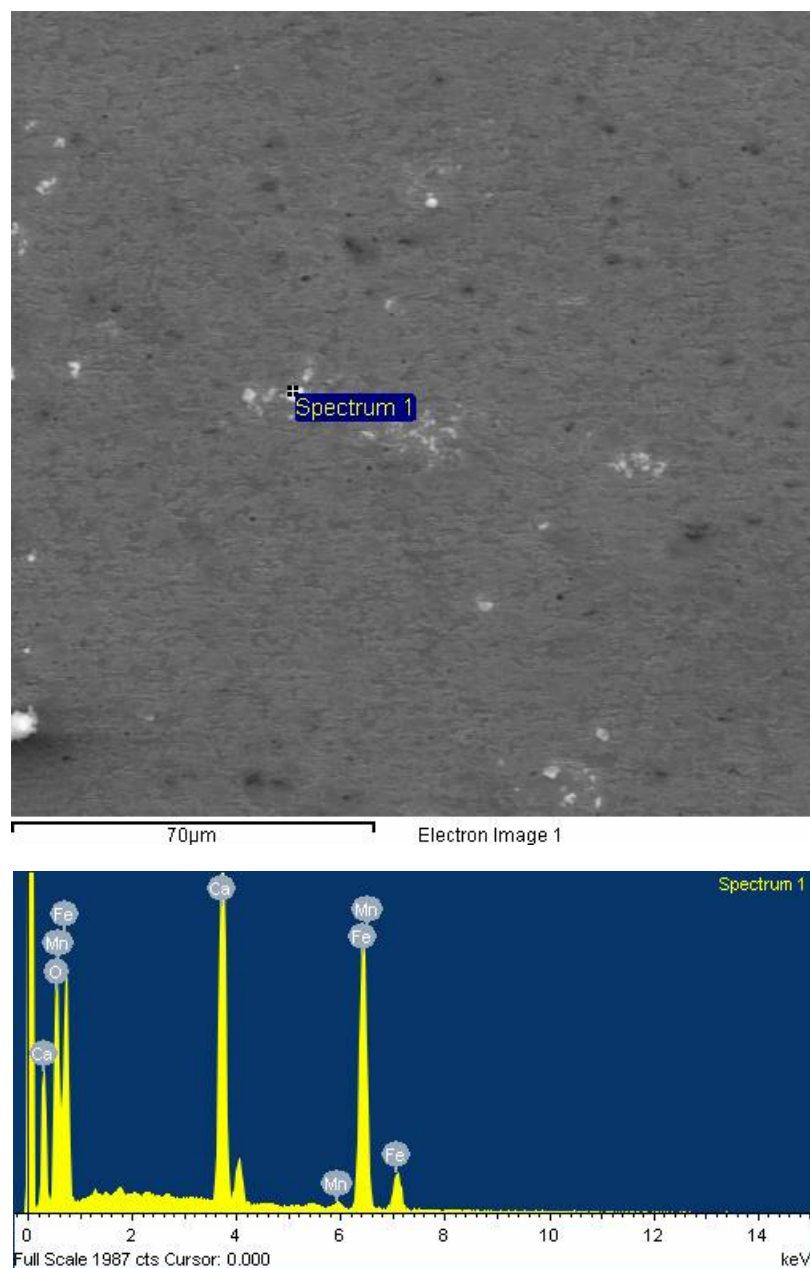
DET: SE Detector  
DATE: 11/20/12

10 um

Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materiallography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 28. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 2 analiziranog SEM-om**

#### 5.2.4. Točkasta EDS analiza uključine u području zavora uzorka 2



Slika 29. Točkasta EDS analiza uključina u području zavora za uzorak 2

Analiza uključina u području zavora [Slika 29] pokazuje nova dva elementa koja nisu registrirana u prošlim analizama. Radi se o kalciju i kisiku [Tablica 13]. Maseni udio kisika je vrlo velik (36,65%) i najvjerojatnije se radi o početku oksidacije željeza. S obzirom da za zavarivanje nije korištena praškom punjena žica koja bi imala u sebi kalcija najvjerojatnije se radi o nečistoći samog osnovnog ili dodatnog materijala.



**Tablica 13. Sastav uključine uzorka 2 u području zavora dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
O	36,65	64,18
Ca	20,39	14,26
Mn	0,58	0,30
Ostalo	42,38	21,26

**5.3. Uzorak br. 3**

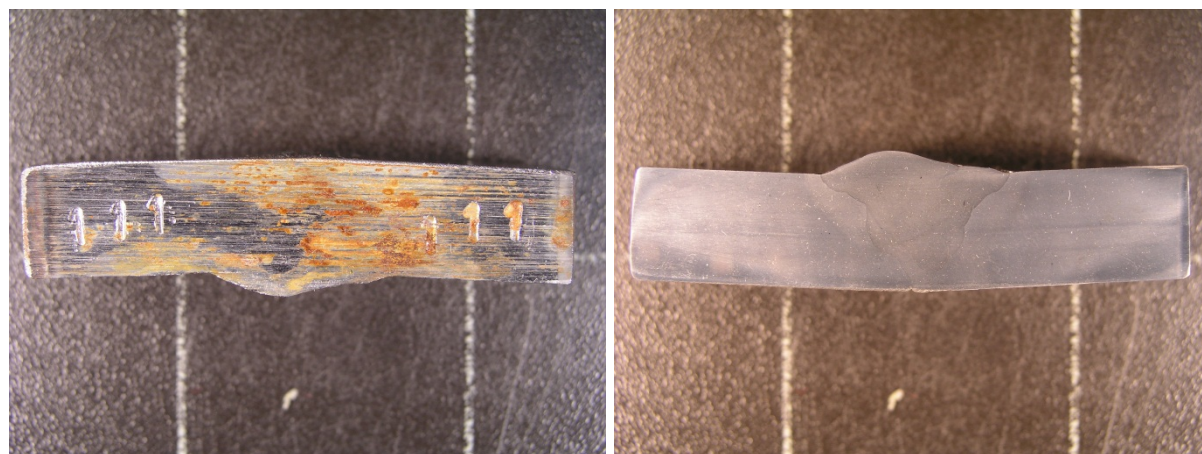
Treći uzorak (laboratorijske oznake „111“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 14. Parametri zavarivanja trećeg uzorka čelika X80**

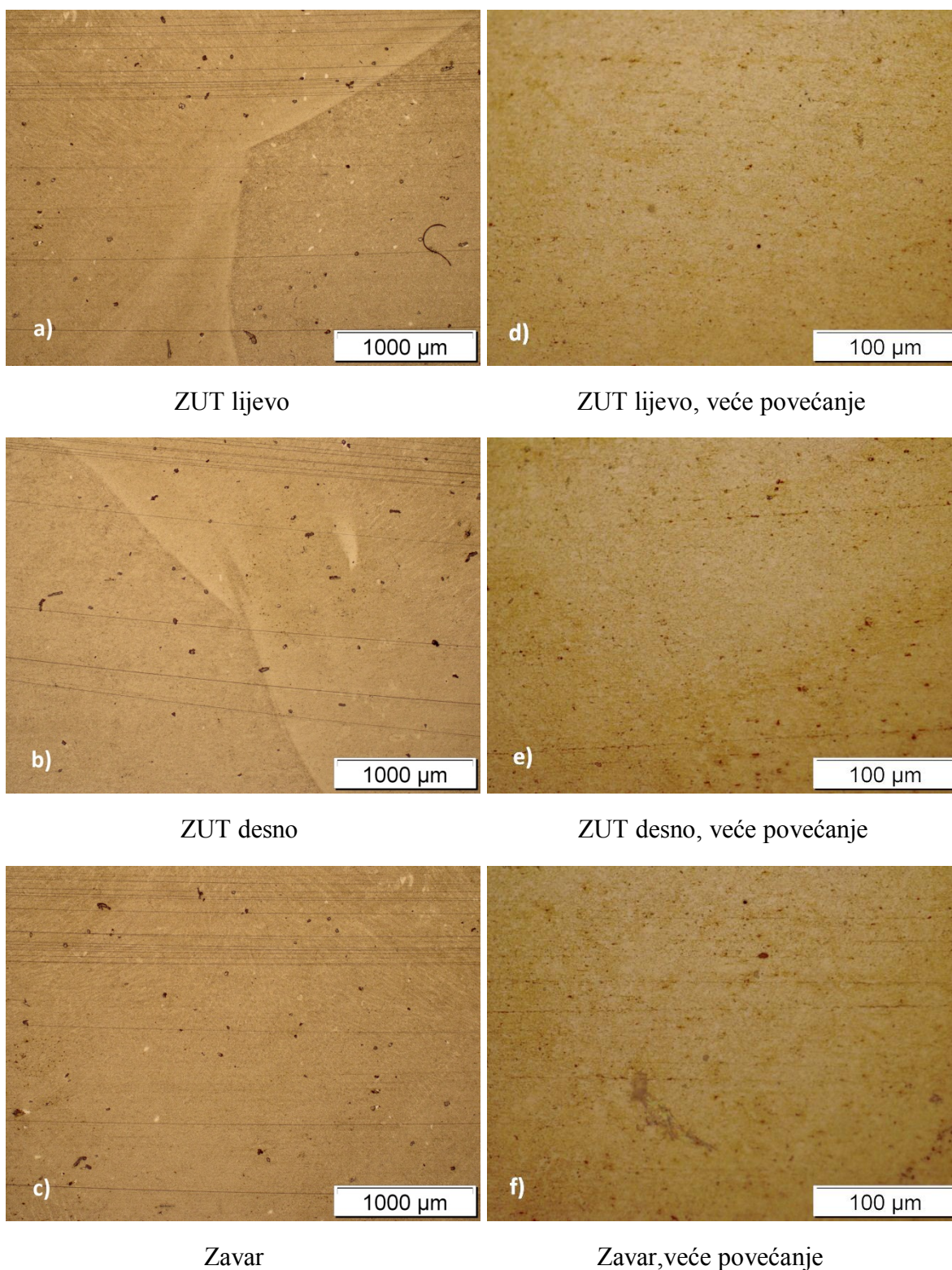
Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
3	18	8,64	80

Treći uzorak u odnosu na prvi ima povišeni postotak CO<sub>2</sub> u argonu i smanjeni unos topline tijekom zavarivanja [Tablica 14]. Rezultati testnih epruveta na udarnu radnju loma su pokazali bolje rezultate nego za uzorak broj 2 ali lošije nego za uzorak broj 1<sup>3</sup>.

Gledano golim okom u licu zavora nisu vidljive nikakve greške samog zavora [Slika 30].

**Slika 30. Izgled površine uzorka 3 nakon nagrivanja u Nitalu**

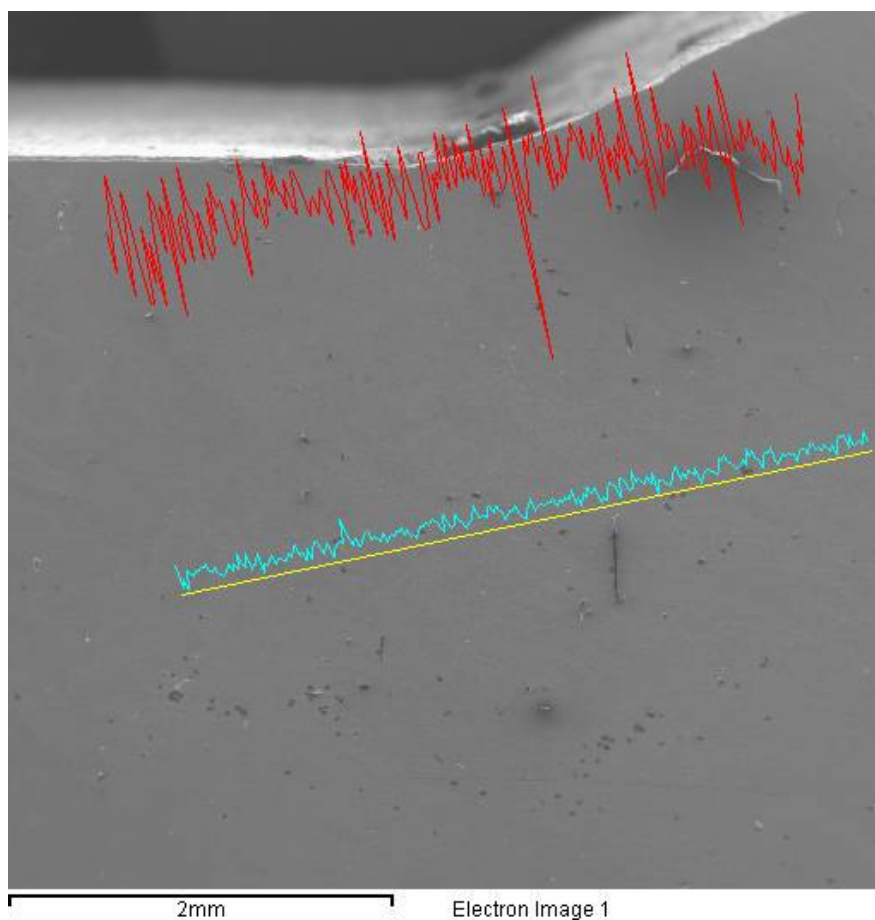
<sup>3</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]



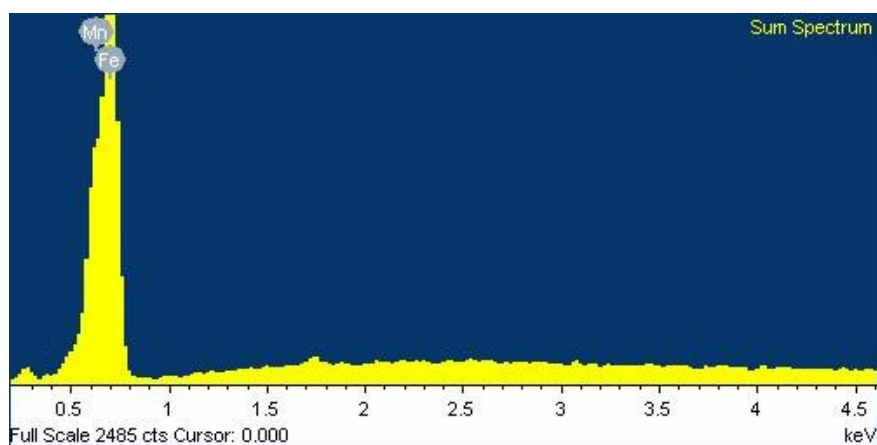
**Slika 31. Mikrostruktura uzorka 3, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

Na mikrostruktura trećeg uzorka gledanoj svjetlosnim mikroskopom nisu vidljive nikakve greške [Slika 31].

### 5.3.1. Linijska EDS analiza uzorka 3



Slika 32. Područje linijske analize uzorka 3



Slika 33. Linijska EDS analiza uzorka 3

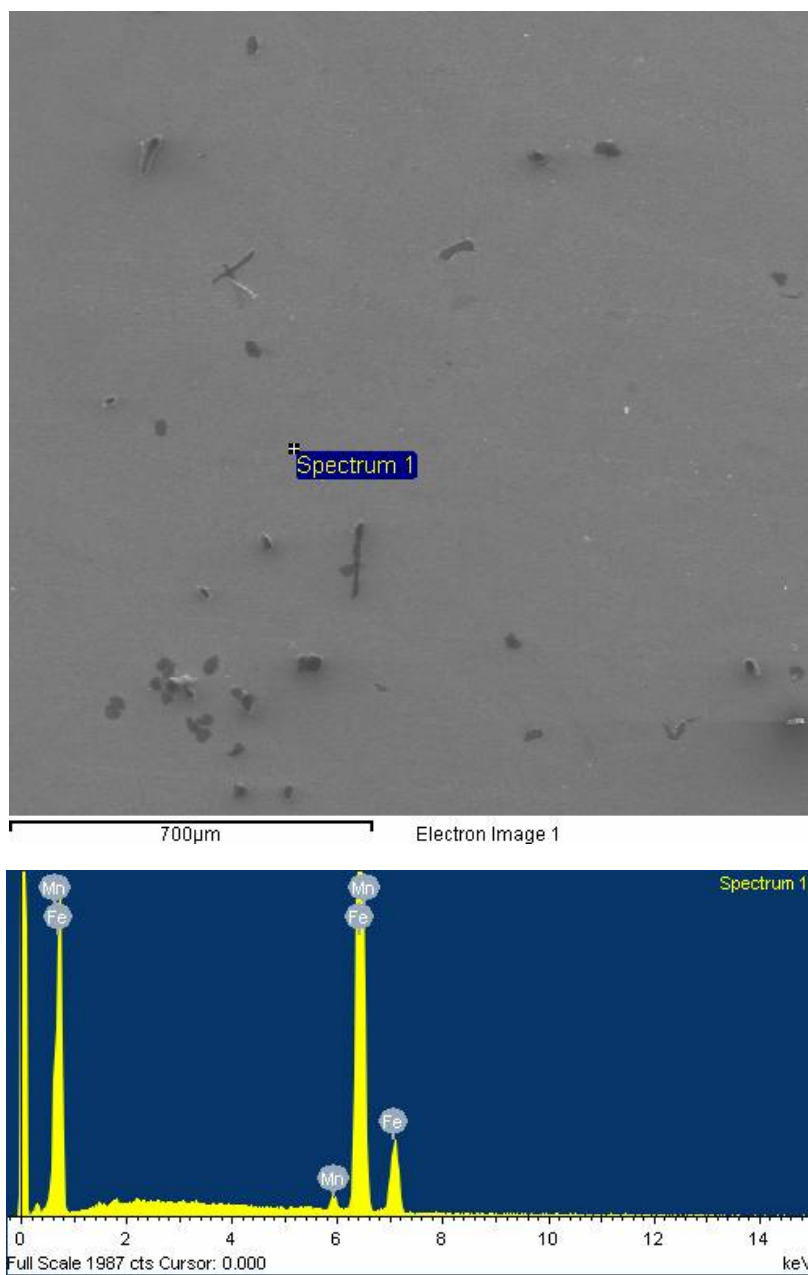
Linijska analiza pokazuje nagli pad udjela željeza i blagi pad udjela mangana što se više približavamo materijalu zavara. To je u skladu sa rezultatima na prethodnim uzorcima [Slika 32 i 33]. Kemijski sastav pokazuje standardne vrijednosti [Tablica 15].



Tablica 15. Sastav uzorka 3 dobiven linijskom EDS metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,17	2,21
Ostalo	97,83	97,79

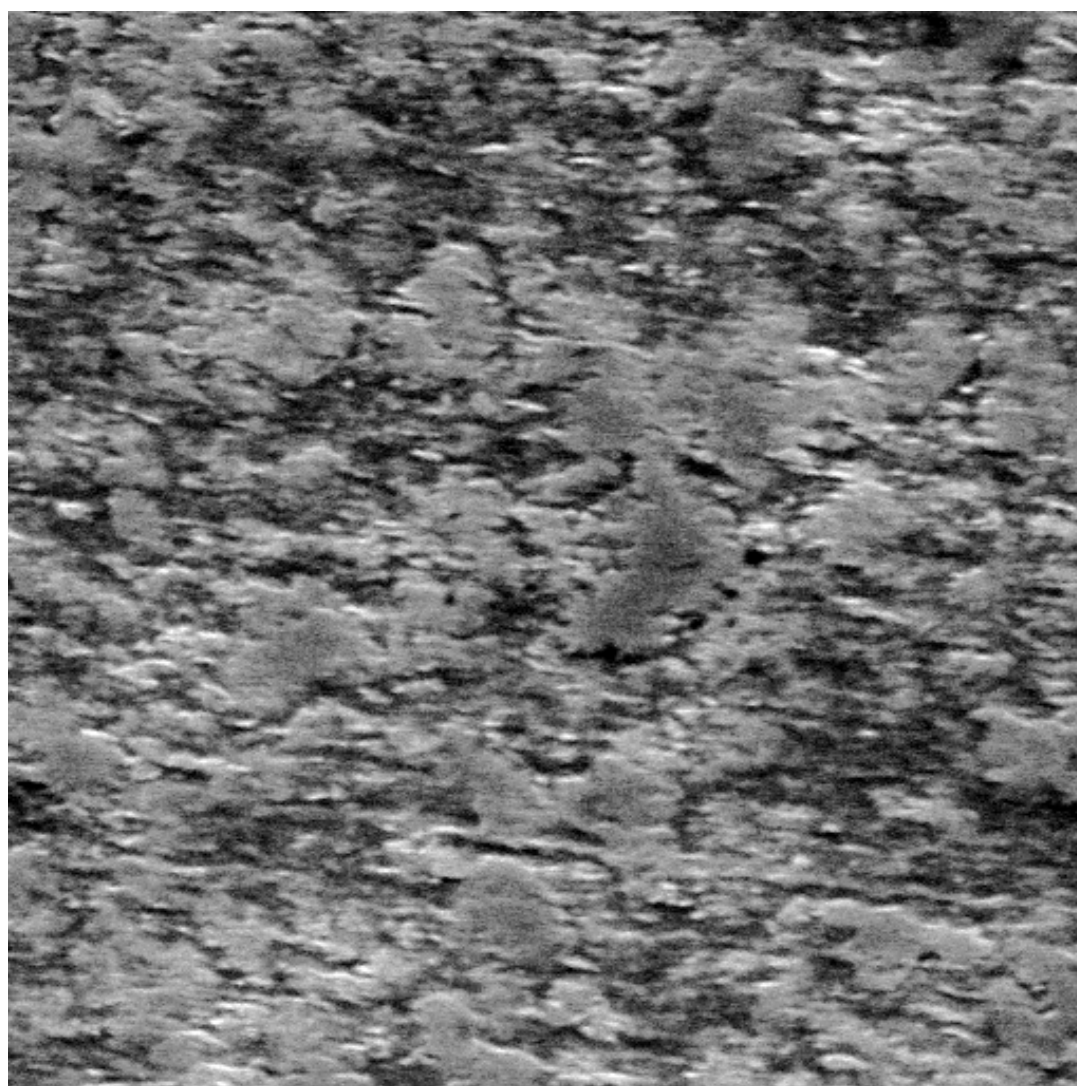
### 5.3.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 3 – Zona utjecaja topline (ZUT)



Slika 34. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 3

**Tablica 16. Sastav ZUT-a uzorka 3 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	7,65	7,68
Ostalo	92,35	92,32



SEM MAG: 4.00 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 111

DET: SE Detector  
DATE: 11/20/12

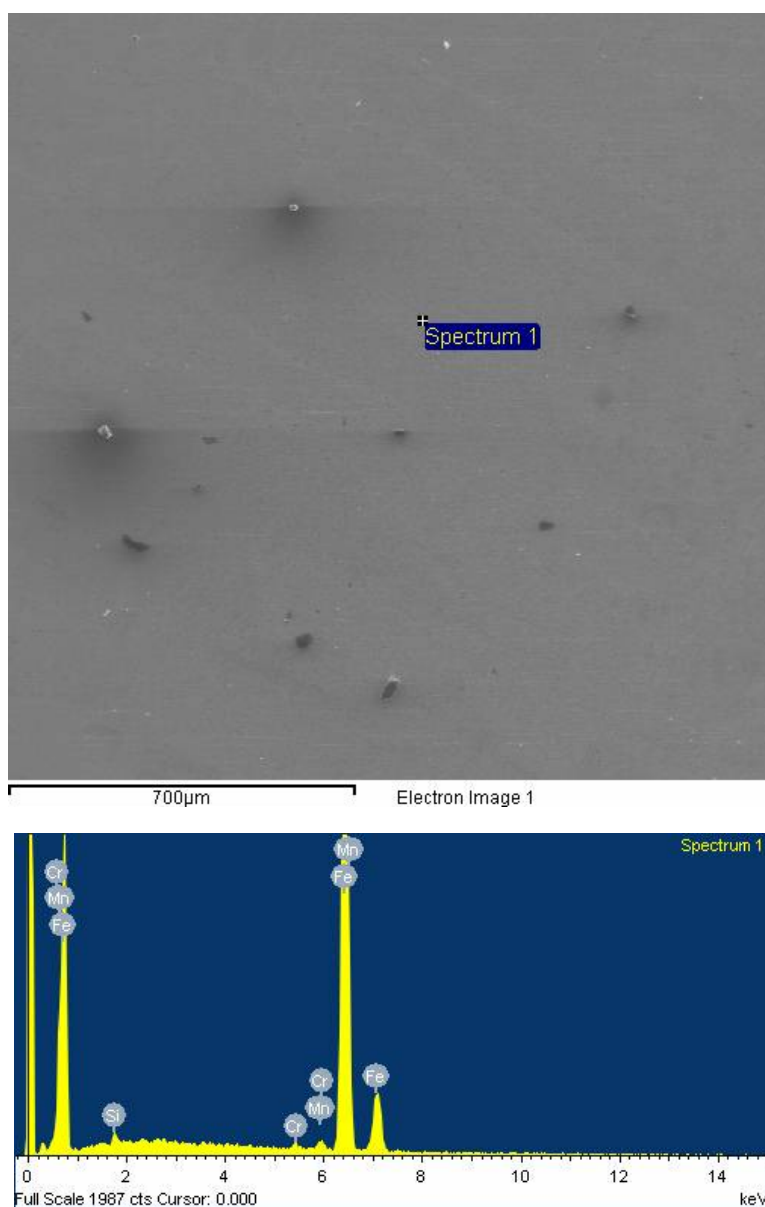
10 um

Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materiallography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 35. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 3 analiziranog SEM-om**

Mikrostruktura ZUT-a pokazuje manji udio pora [Slika 35]. Taj udio pora koji prvi uzorak nema u zoni ZUT-a je možda rezultirao slabijim rezultatima na udarnu radnju loma kod trećeg uzorka.

### 5.3.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 3 – Područje zavora

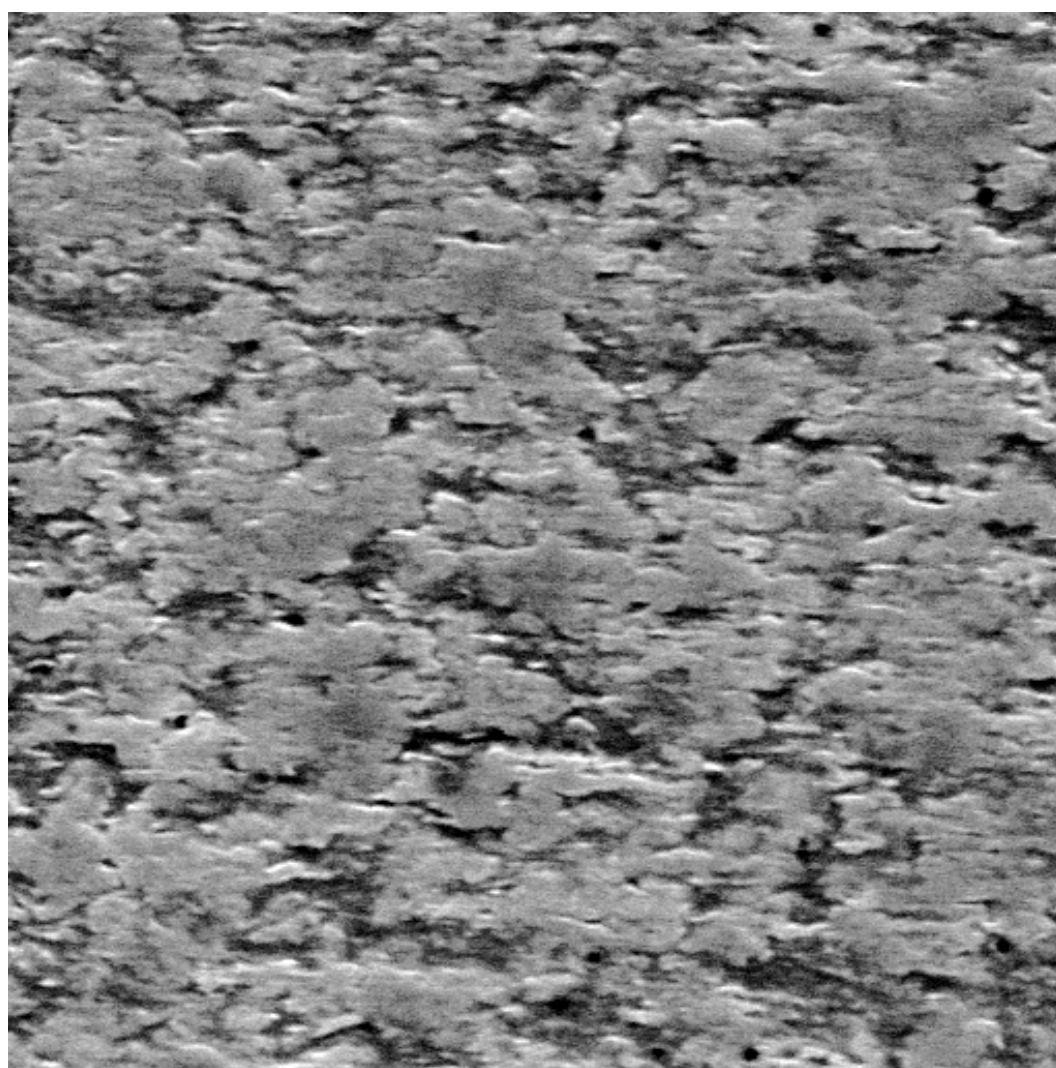


Slika 36. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 3

Na slici je vidljiv povećani broj uključina u materijalu zavora [Slika 36]. Uključine su analizirane i rezultati se nalaze u poglavlju 5.3.4. U području zavora se dodatno pojavljuje krom i silikati [Tablica 17].

**Tablica 17. Sastav zavara uzorka 3 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,82	1,62
Cr	0,48	0,51
Mn	1,40	1,42
Ostalo	97,30	96,46



SEM MAG: 4.00 kx  
 HV: 30.0 kV  
 Name: Uz 111 zavar

DET: SE Detector  
 DATE: 11/20/12

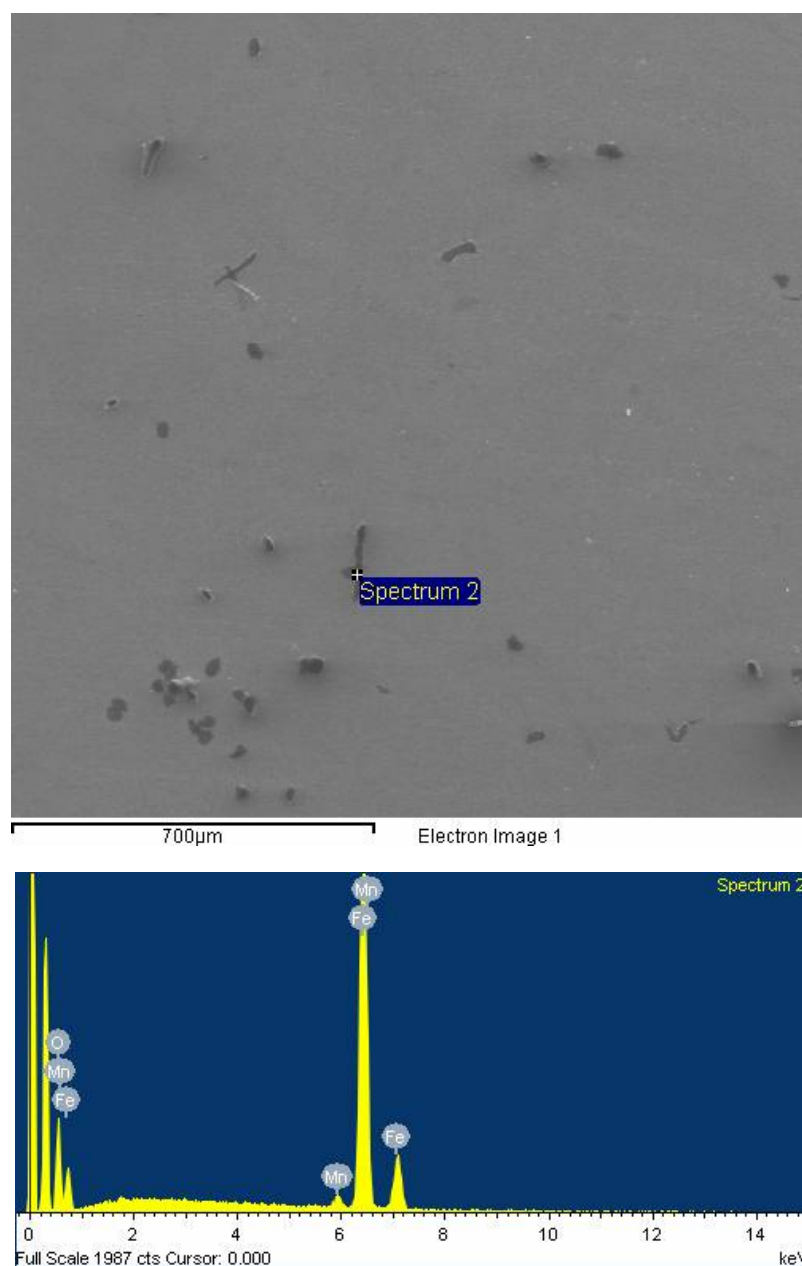
10 um

Vega ©Tescan  
 Digital Microscopy Imaging  
 Laboratory for materiallography  
 Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 37. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 3 analiziranog SEM-om**

Uz povećani broj uključina u materijalu zavara, preko topografije površine su vidljive i pore unutar mikrostrukture materijala [Slika 37].

#### 5.3.4. Točkasta EDS analiza uključine u području ZUT-a uzorka 3



Slika 38. Točkasta EDS analiza uključine u području ZUT-a za uzorak 3

U uključini se ponovno pojavljuje kisik što znači da se ovdje isto radi o oksidaciji materijala. U odnosu na drugi uzorak ovdje se ne pojavljuje kalcij, što može biti zbog njegovog nedostatka unutar materijala ili zbog njegove dobre raspršenosti unutar materijala te ga zbog



toga nije bilo moguće vidjeti tijekom analize [Slika 38]. Maseni udio pojedinih elemenata je prikazan u tablici 18.

**Tablica 18. Sastav uključine uzorka 3 u području ZUT-a dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
O	11,80	31,82
Mn	1,95	1,53
Ostalo	86,25	66,65

#### 5.4. Uzorak br. 4

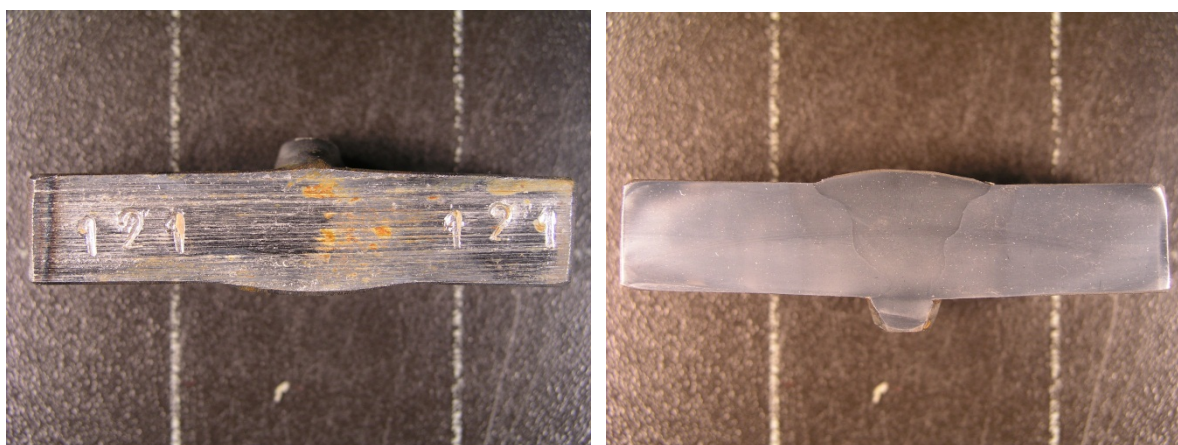
Četvrti uzorak (laboratorijske oznake „121“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 19. Parametri zavarivanja četvrtog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
4	18	15,36	80

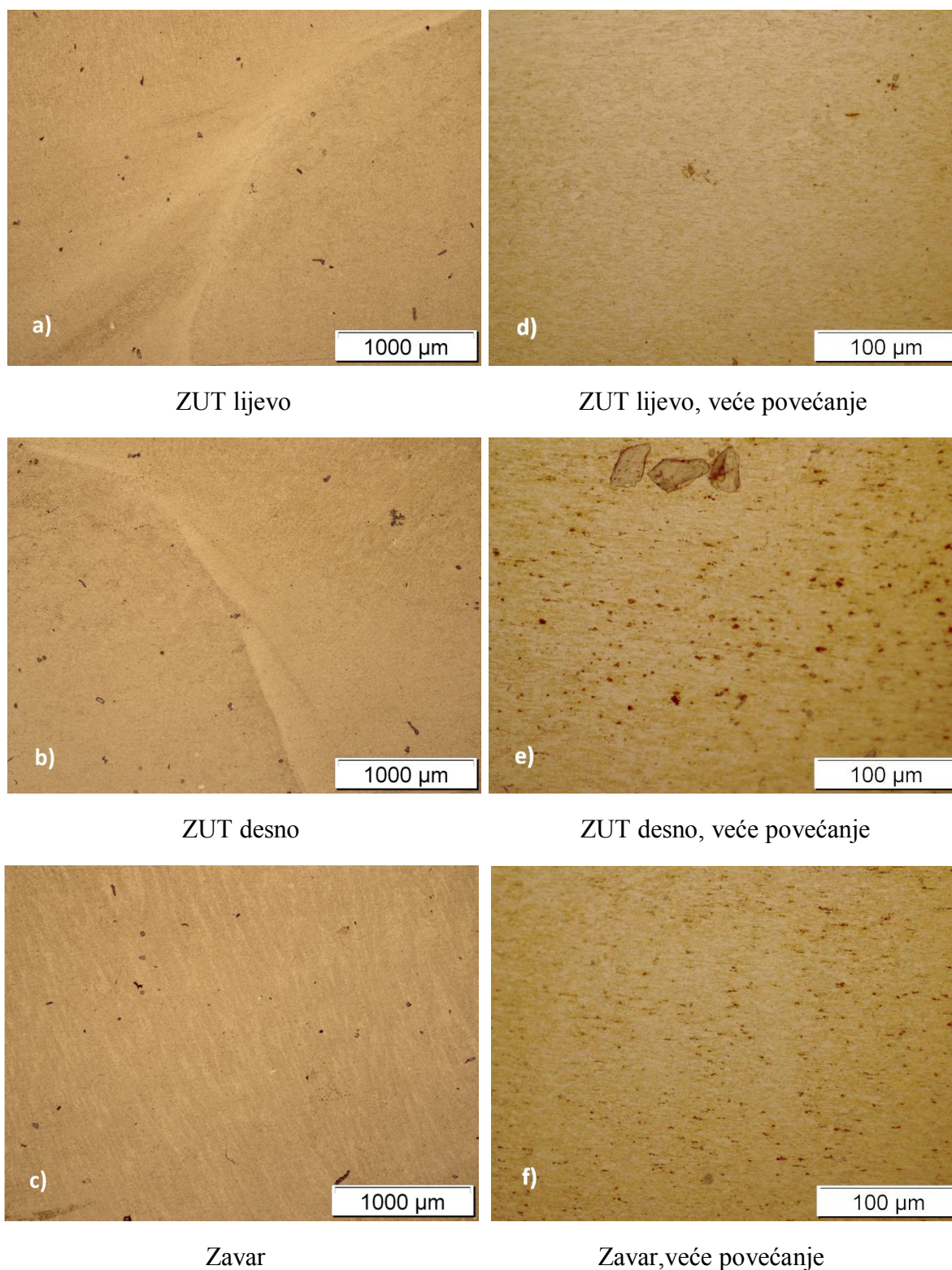
Četvrti uzorak je specifičan po najvećem unosu topline u odnosu na sve ostale [Tablica 19]. Rezultati ispitivanja na udarnu radnju loma su pokazali lošije rezultate u području materijala zavara u odnosu na uzorak broj 3 ali bolje u zoni utjecaja topline<sup>4</sup>.

Provjera površine golim okom ne prikazuje greške prilikom zavarivanja [Slika 39].



**Slika 39. Izgled površine uzorka 4 nakon nagrizanja u Nitalu**

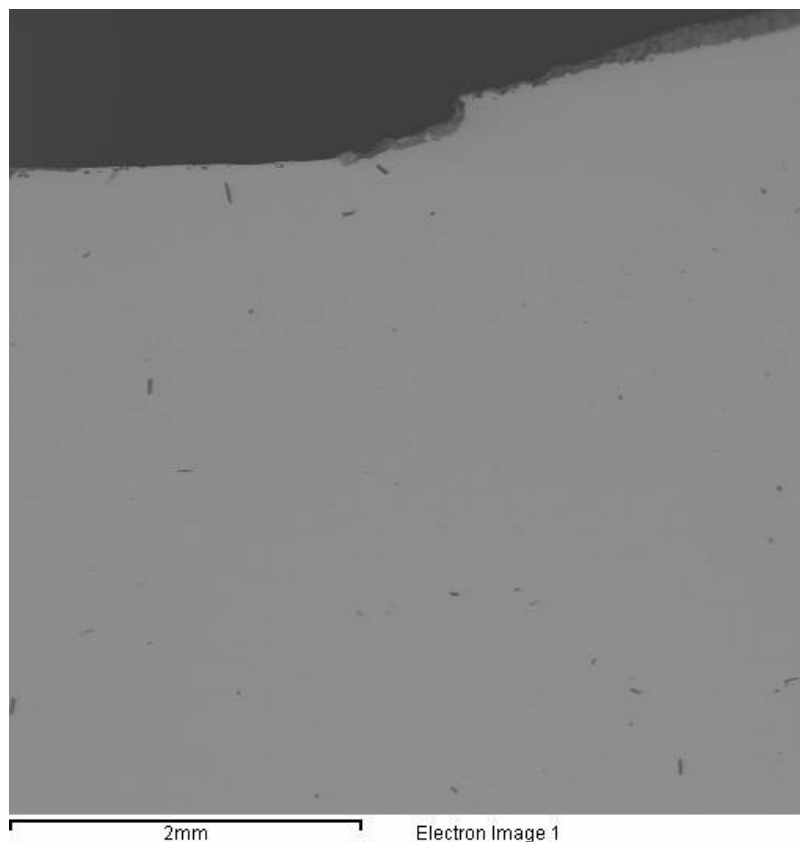
<sup>4</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]



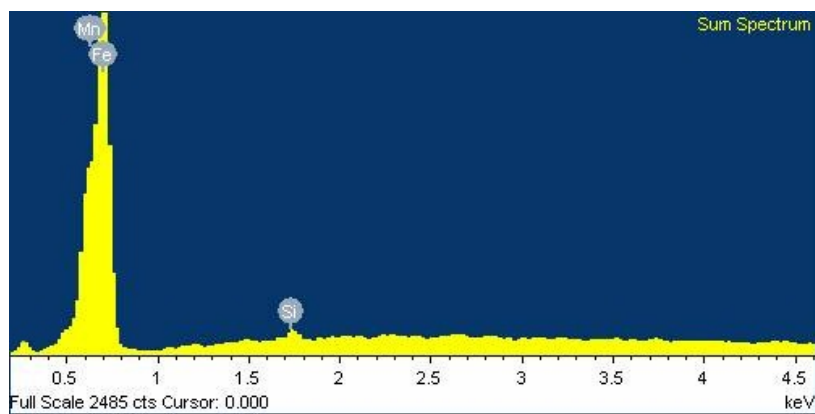
**Slika 40. Mikrostruktura uzorka 4, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

Četvrti uzorak gledan svjetlosnim mikroskopom pokazuje ujednačenu mikrostrukturu kao i prethodni uzorci [Slika 40].

#### 5.4.1. Linijska EDS analiza uzorka 4



Slika 41. Područje linijske analize uzorka 4



Slika 42. Linijska EDS analiza uzorka 4

Linijska analiza četvrtog uzorka je pokazala standardne rezultate, tj. nema većih promjena u odnosu na prošle linijske analize [Slika 42].

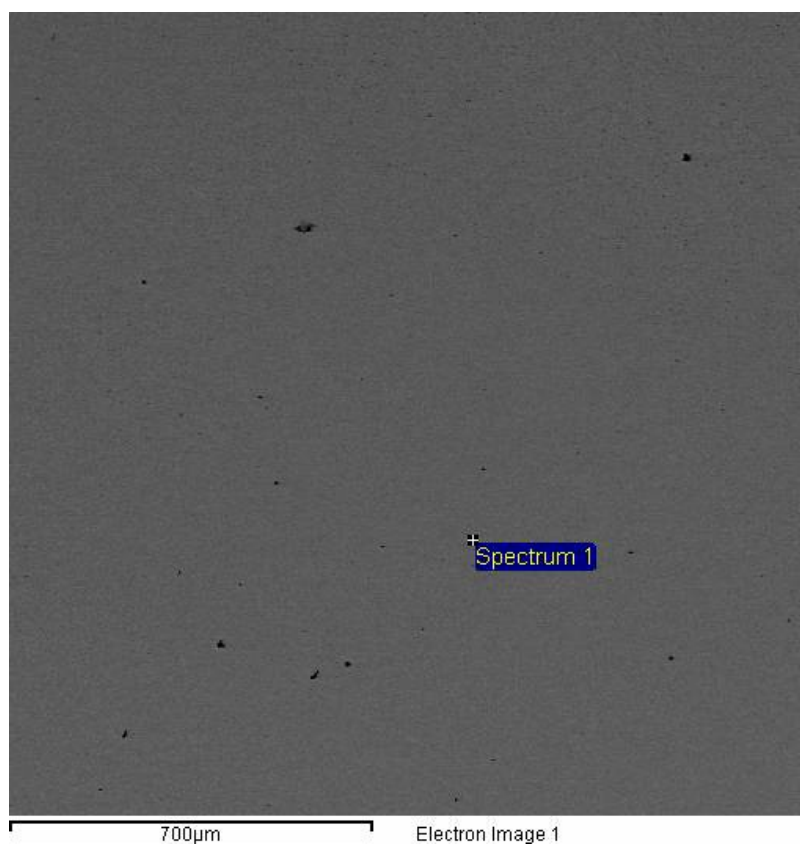


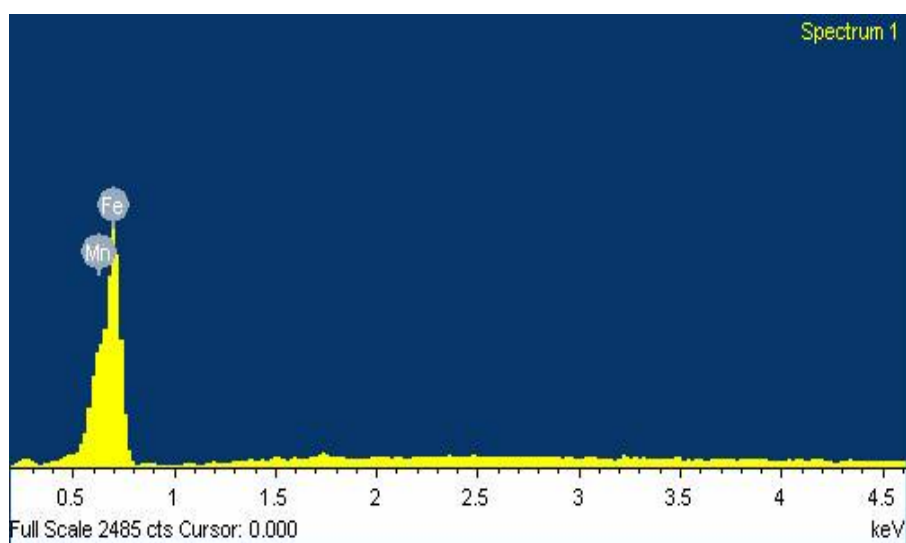
Tablica 20. Sastav uzorka 4 dobiven linijskom EDS metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,53	0,92
Mn	3,56	3,31
Ostalo	95,91	95,77

Rezultati su dakle vrlo slični prošlima sa malo većim udjelom mangana (približno povećanje od 1%). Malo veći udio silicija je rezultirao time da je EDS bio u mogućnosti zabilježiti i njegov maseni udio [Tablica 20].

#### 5.4.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 4 – Zona utjecaja topline (ZUT)



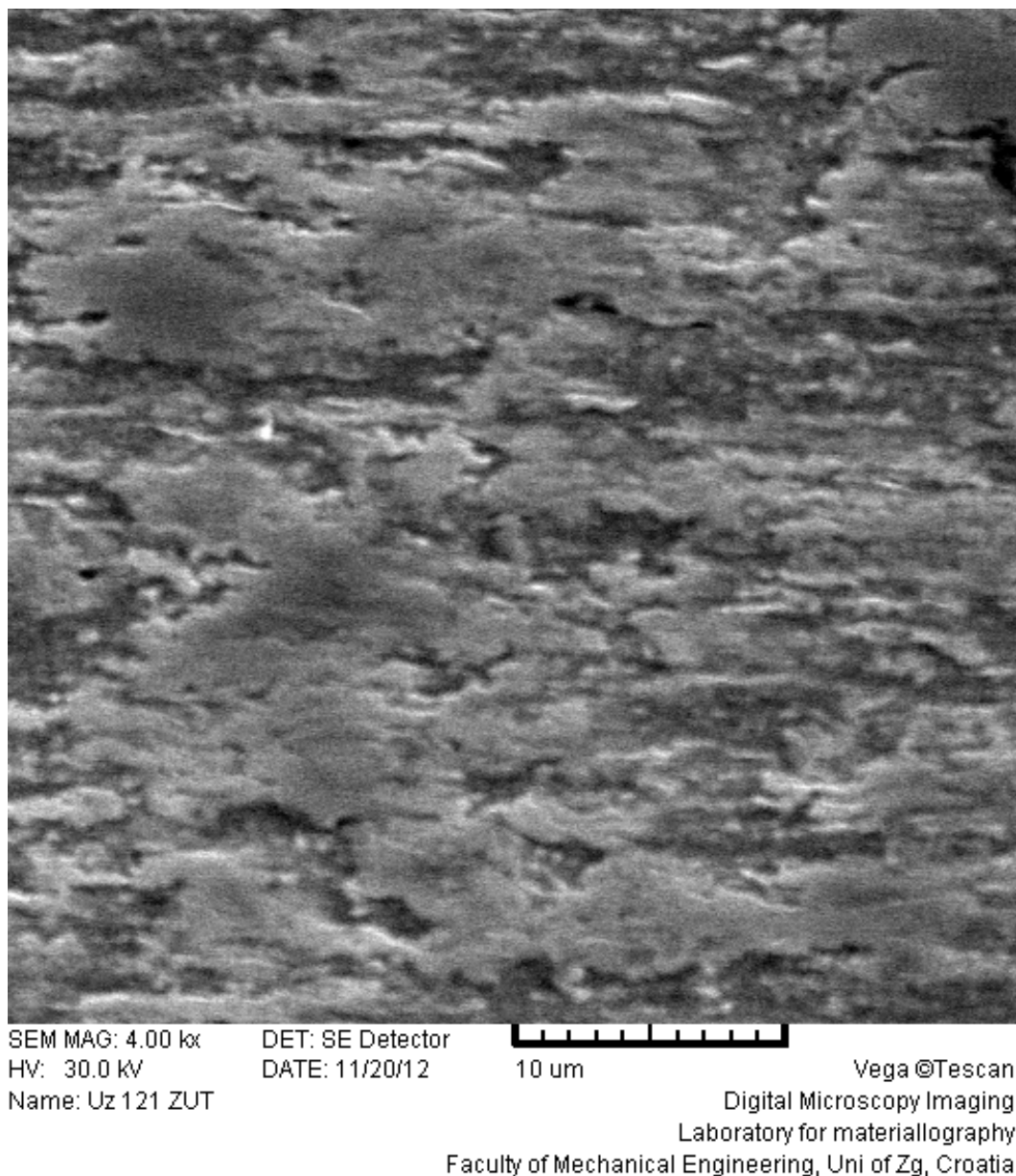


**Slika 43. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 4**

Za EDS analizu zone ZUT-a četvrtog uzorka dobivene su standardne vrijednosti koje vrijede za osnovni materijal(čelik X80) [Slika 43] [Tablica 21].

**Tablica 21. Sastav ZUT-a uzorka 4 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	1,98	2,02
Ostalo	98,02	97,98

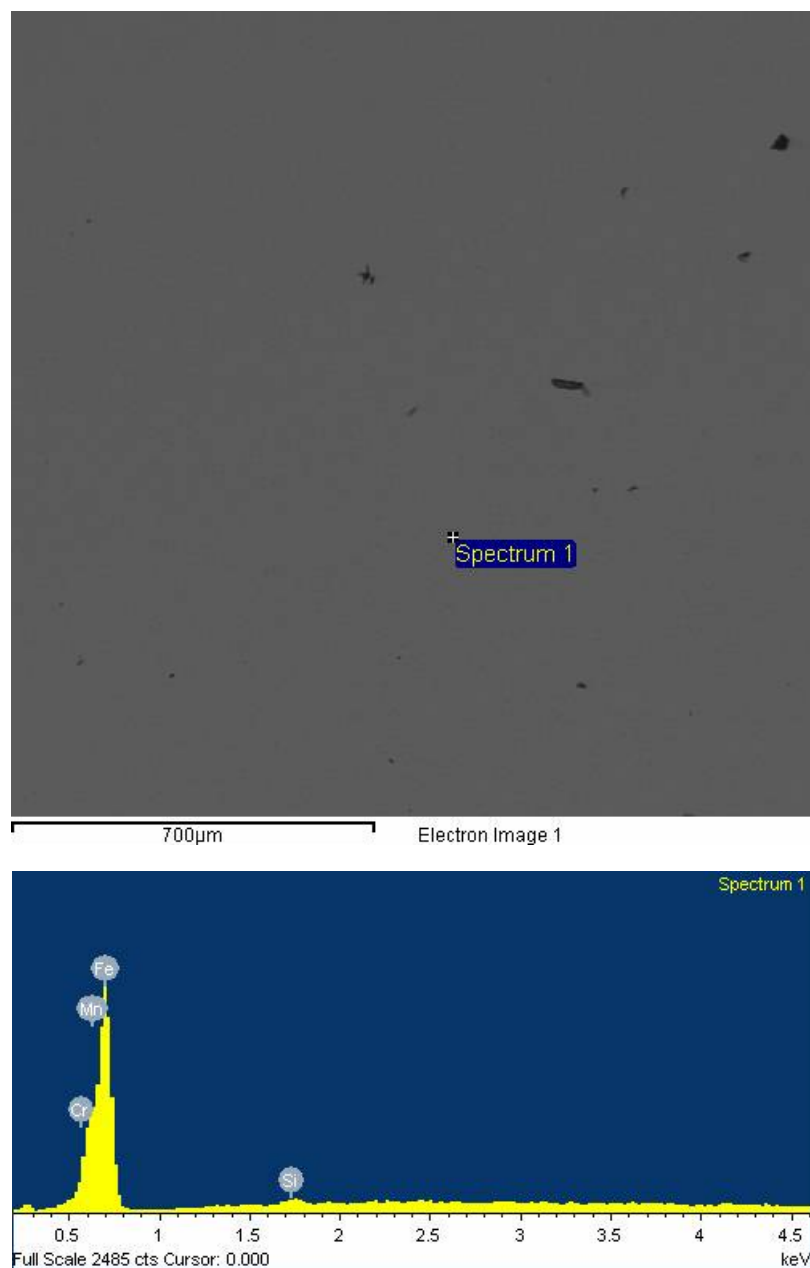


**Slika 44. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 4 analiziranog SEM-om**

U ZUT-u su ponovno vidljive pore kojih nema u osnovnom materijalu ali se znaju pojaviti u zoni ZUT-a ili materijalu zavora. Vidljivo je zamjetno povećanje zrna u odnosu na osnovni materijal ali još uvijek manje nego kod materijala zavora. To se događa uslijed unosa topline prilikom zavarivanja [Slika 44]. Drugim riječima, što smo bliže sredini zavora to je mikrostruktura grublja.

Najvjerojatniji uzrok dosta dobrim rezultatima na udarnu radnju loma u zoni ZUT-a je mikrostruktura sitnijeg zrna u odnosu na zavar.

#### 5.4.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 4 – Područje zavora



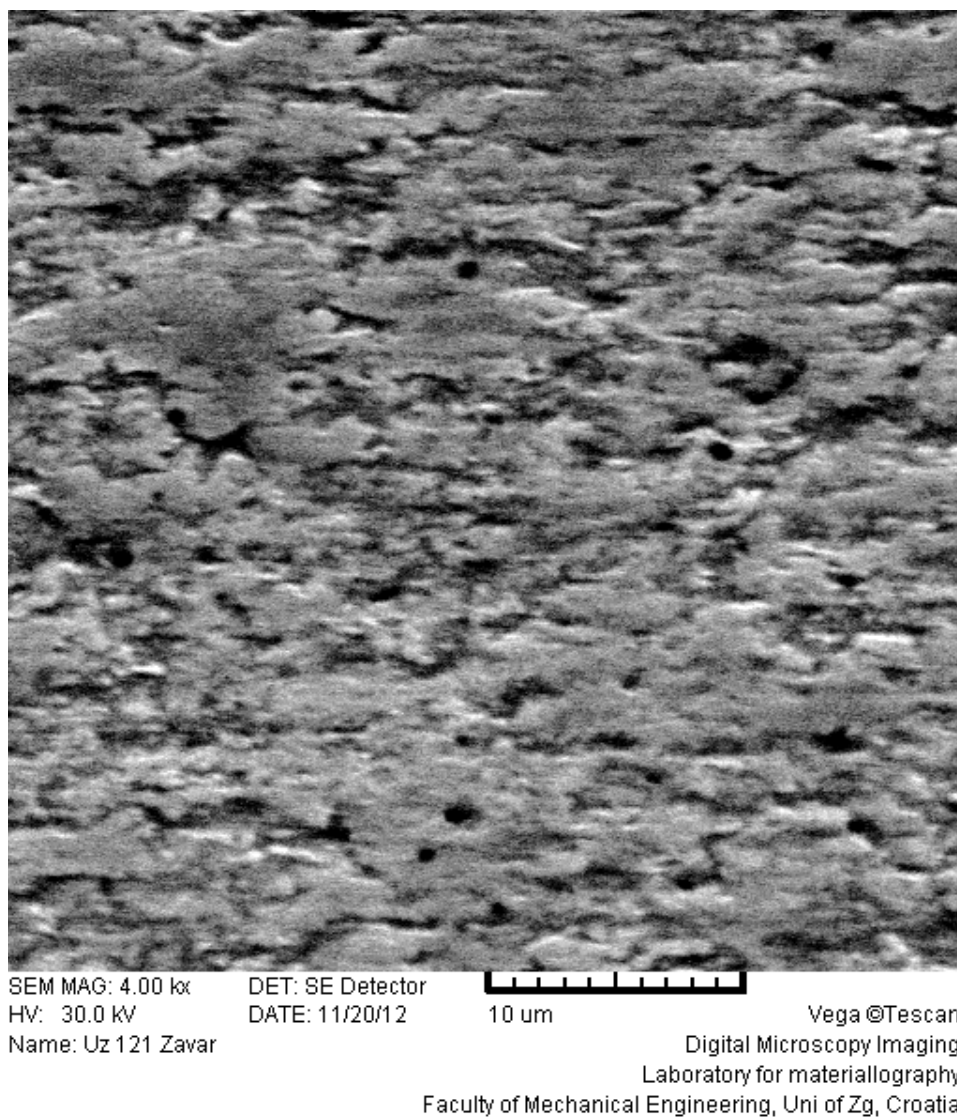
**Slika 45. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 4**

U materijalu zavora su ponovno vidljive uključine koje su naknadno analizirane [Slika 45]. Ponovno se u EDS analizi pojavljuje krom sa udjelom koji je u skladu sa dodatni materijalom korištenim za zavarivanje [Tablica 21].

**Tablica 22. Sastav zavara uzorka 4 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,50	0,98
Cr	0,54	0,58
Mn	1,46	1,48
Ostalo	97,50	96,96

U mikrostrukтури zavara četvrtog uzorka je vidljiva veća količina pora i puno grublja mikrostruktura u odnosu na zonu ZUT-a [Slika 46].

**Slika 46. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 4 analiziranog SEM-om**

#### 5.4.4. Točkasta EDS analiza uključine u području zavora uzorka 4



Slika 47. Točkasta EDS analiza uključine u području zavora za uzorak 4

U EDS analizi uključine su vidljivi novi elementi, do sada nezabilježeni u prethodnim analizama. To su: aluminij i sumpor [Slika 47]. Sumpora ima približno 5% što nije zanemarivo [Tablica 23]. Njegova pojava je najvjerojatnije rezultat nepotpune desulferizacije prilikom proizvodnje osnovnog materijala (čelika X80). Ali on ne mora nužno puno utjecati na svojstva jer je koncentriran u samo jednom području u sulfitnom obliku. Kisik se tu pojavljuje najvjerojatnije kao produkt oksidacije željeza i aluminija (najvjerojatnije  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Silicij je rezultat nemetalnih spojeva (u ovom slučaju silikata).

**Tablica 23. Sastav uključine uzorka 4 u području zavara dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
O	13,12	31,74
Al	0,96	1,38
Si	6,68	9,20
S	4,72	5,70
Cr	0,57	0,42
Mn	25,80	18,18
Ostalo	48,15	33,37



### 5.5. Uzorak br. 5

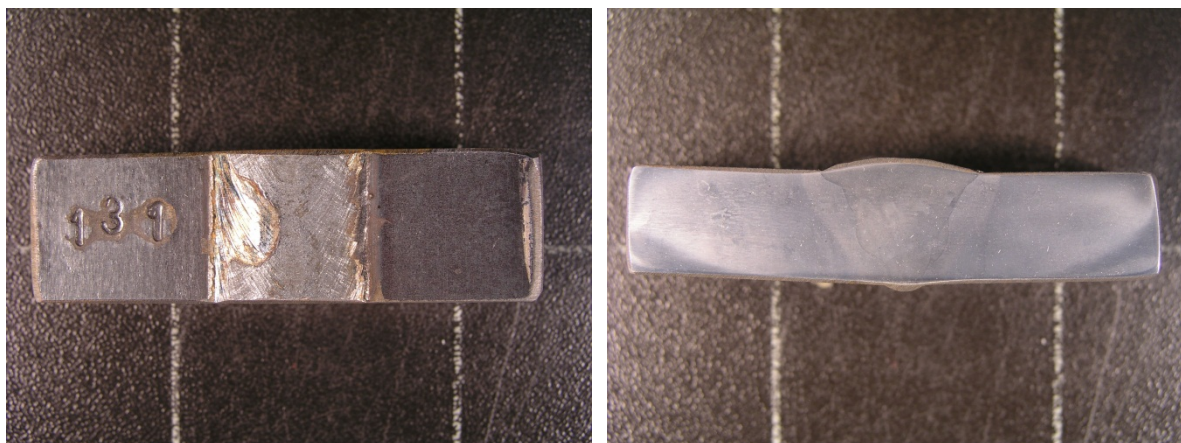
Peti uzorak (laboratorijske oznake „131“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 24. Parametri zavarivanja petog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
5	18	12	21

Peti uzorak je poseban po tome da nije bio predgrijavan, tj. uzorak je zavaren na temperaturi okoliša (21°C) [Tablica 24]. Testni uzorak je pokazao jedne od najboljih rezultata što se tiče konvencionalne granice razvlačenja i vlačne čvrstoće, i dolazi se do zaključka da predgrijavanje direktno ima dobar utjecaj na njihove vrijednosti.

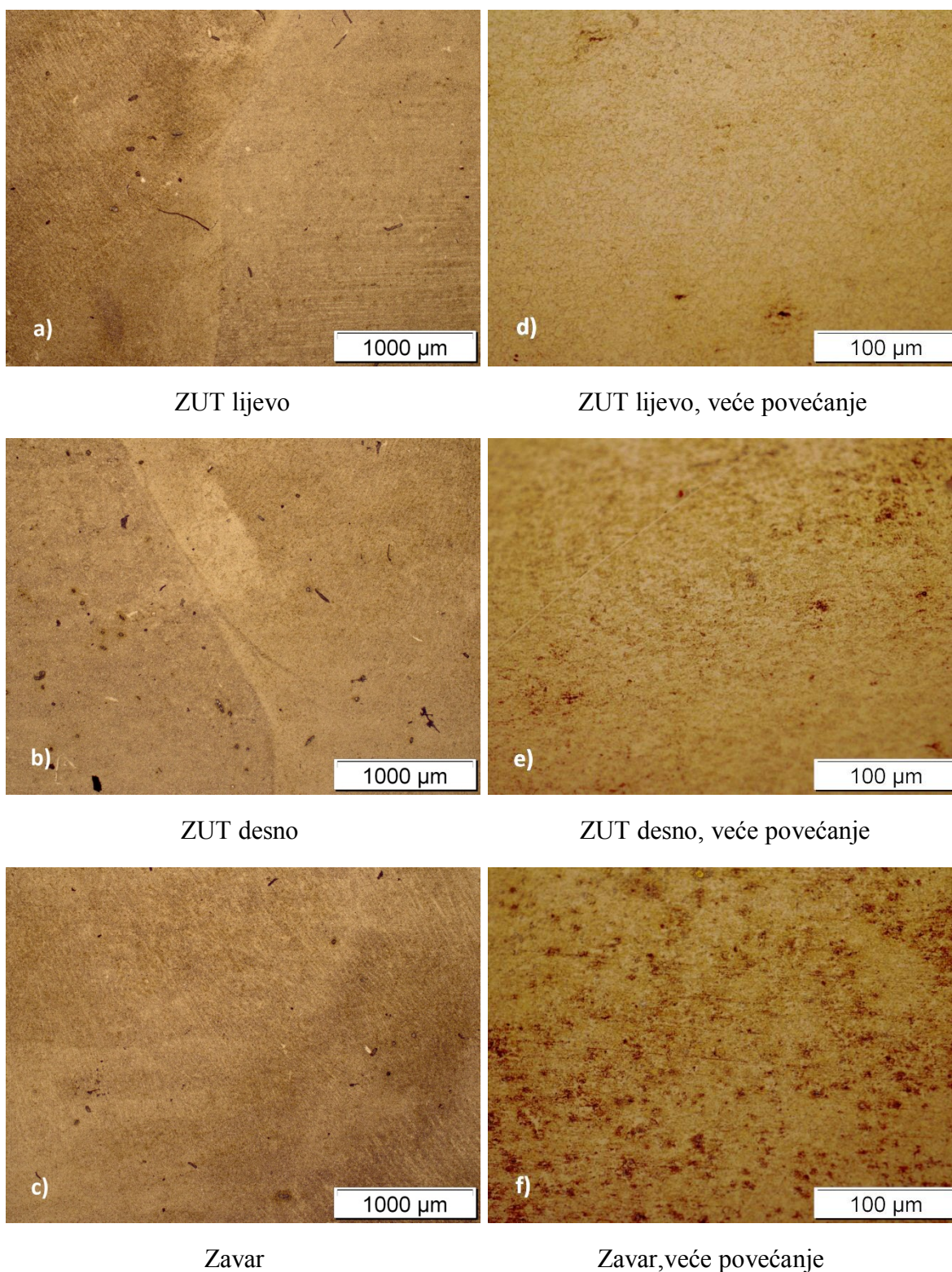
Kada gledamo udarnu radnju loma dobivamo jedne od najlošijih rezultata u usporedbi sa ostalim pokusima (više u materijalu zavara nego što u ZUT-u)<sup>5</sup>.



**Slika 48. Izgled površine uzorka 5 nakon nagrizanja u Nitalu**

Provjerom površine golim okom nisu vidljive greške u zavaru [Slika 48].

<sup>5</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]

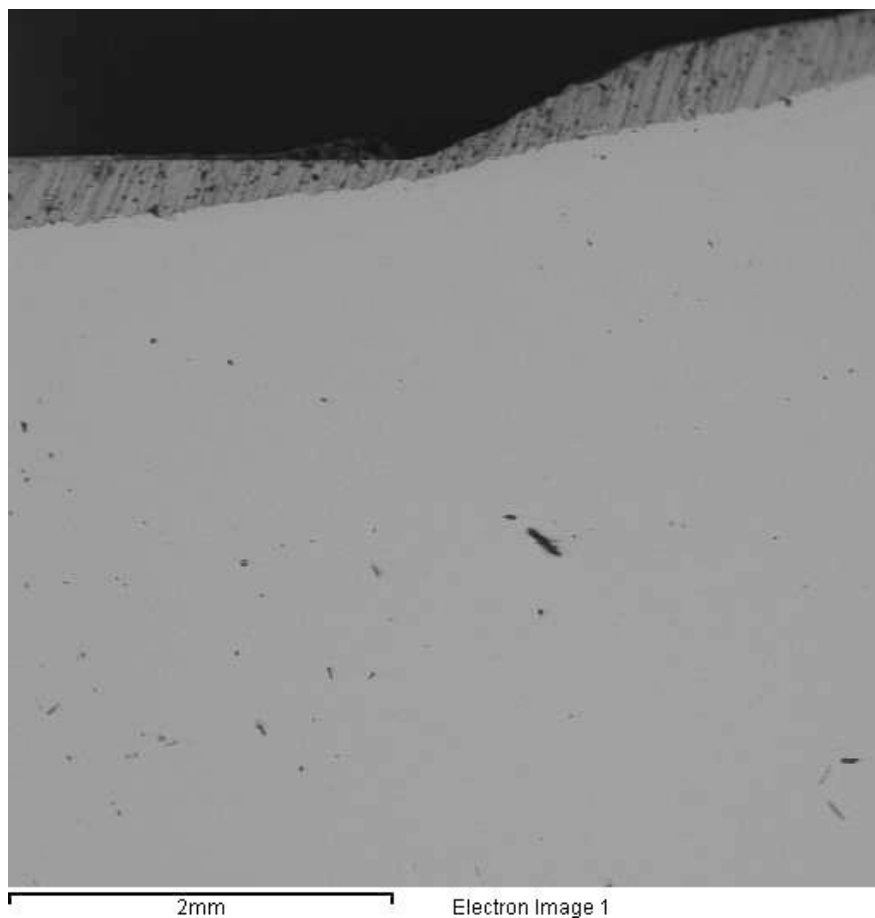


**Slika 49. Mikrostruktura uzorka 5, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

Peti uzorak gledan svjetlosnim mikroskopom pokazuje ujednačenu mikrostrukturu bez grešaka [Slika 49].

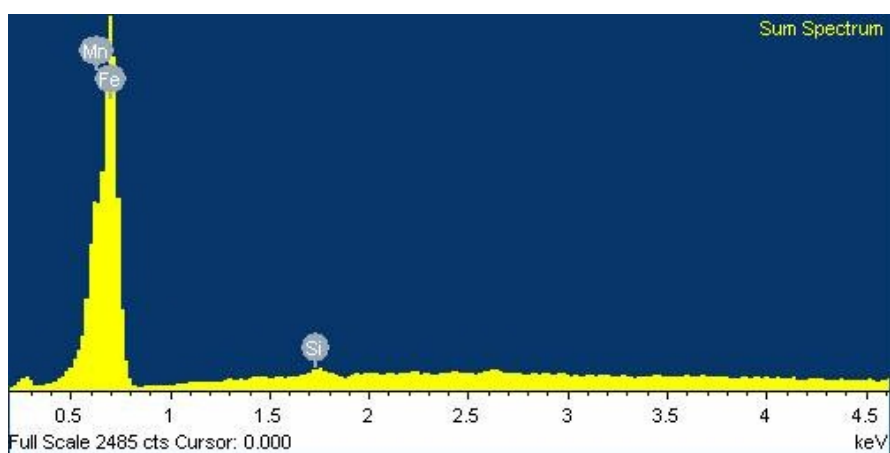


### 5.5.1. Linijska EDS analiza uzorka 5



**Slika 50. Područje linijske analize uzorka 5**

Linijska analiza je napravljena na istoj lokaciji kao na prošlim uzorcima i rezultirala je očekivanim vrijednostima [Slika 50 i 51].



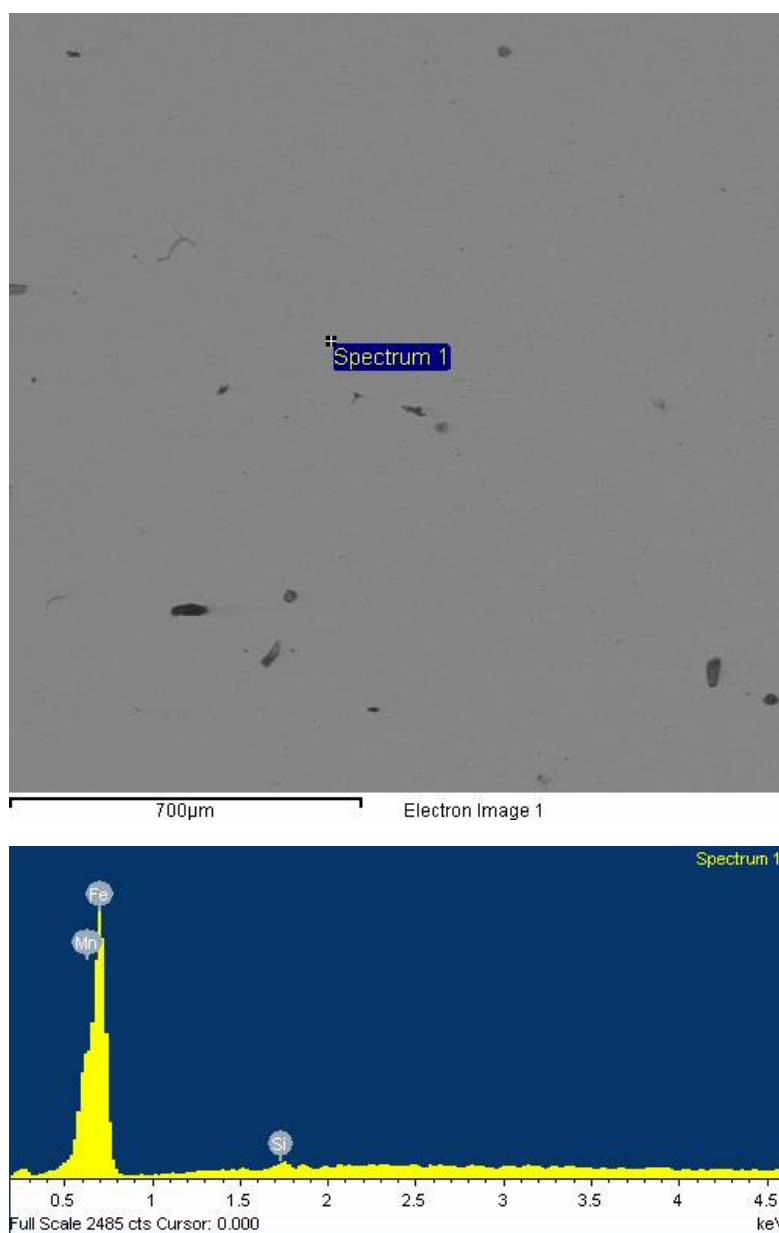
**Slika 51. Linijska EDS analiza uzorka 5**

Dobivene su standardne vrijednosti udjela kemijskih elemenata u materijalu [Tablica 25].

**Tablica 25. Sastav uzorka 5 dobiven linijskom EDS metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,72	1,03
Mn	2,51	2,23
Ostalo	96,77	96,74

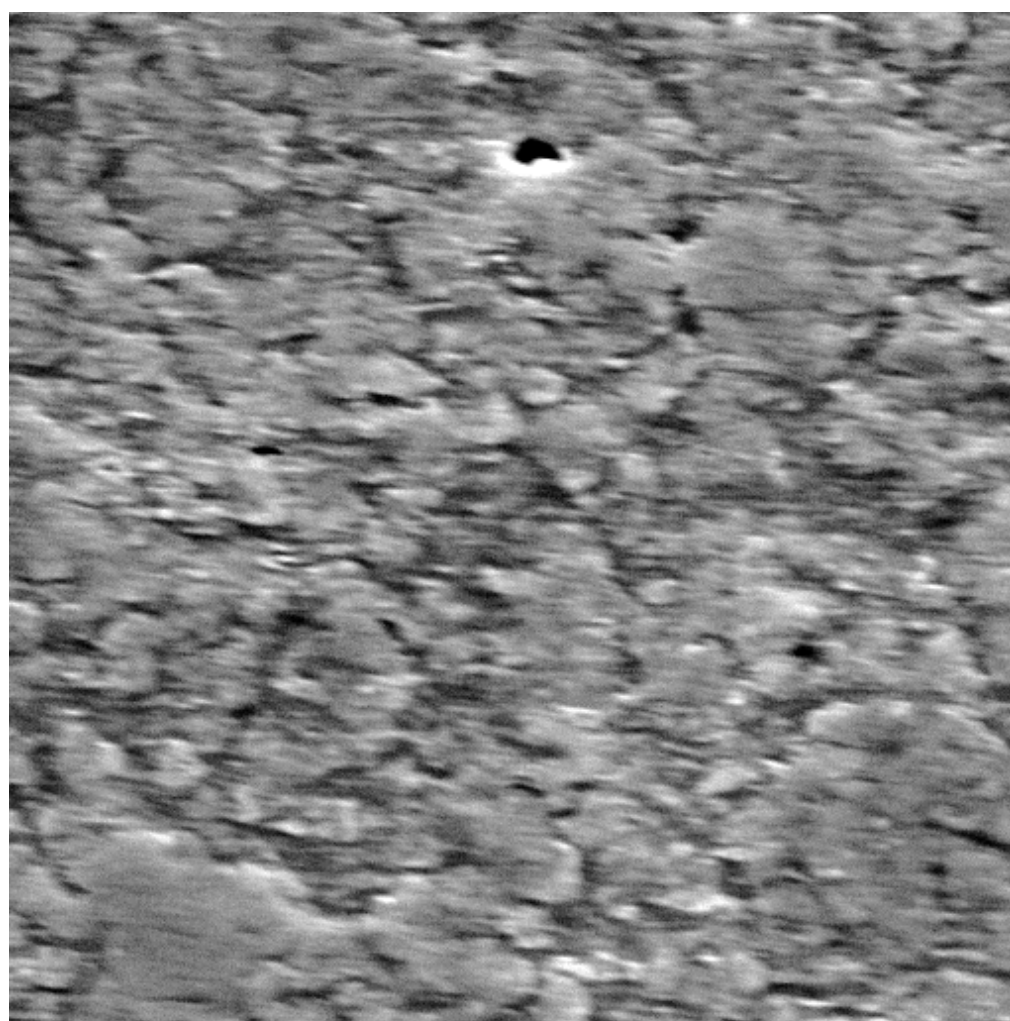
### 5.5.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 5 – Zona utjecaja topline (ZUT)

**Slika 52. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 5**

Točkasta analiza ZUT-a je pokazala malu razliku u odnosu na linijsku analizu [Slika 52] [Tablica 26].

**Tablica 26. Sastav ZUT-a uzorka 5 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,42	0,84
Mn	1,87	1,89
Ostalo	97,70	97,26



SEM MAG: 4.01 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 131 ZUT

DET: SE Detector  
DATE: 11/20/12

10 um

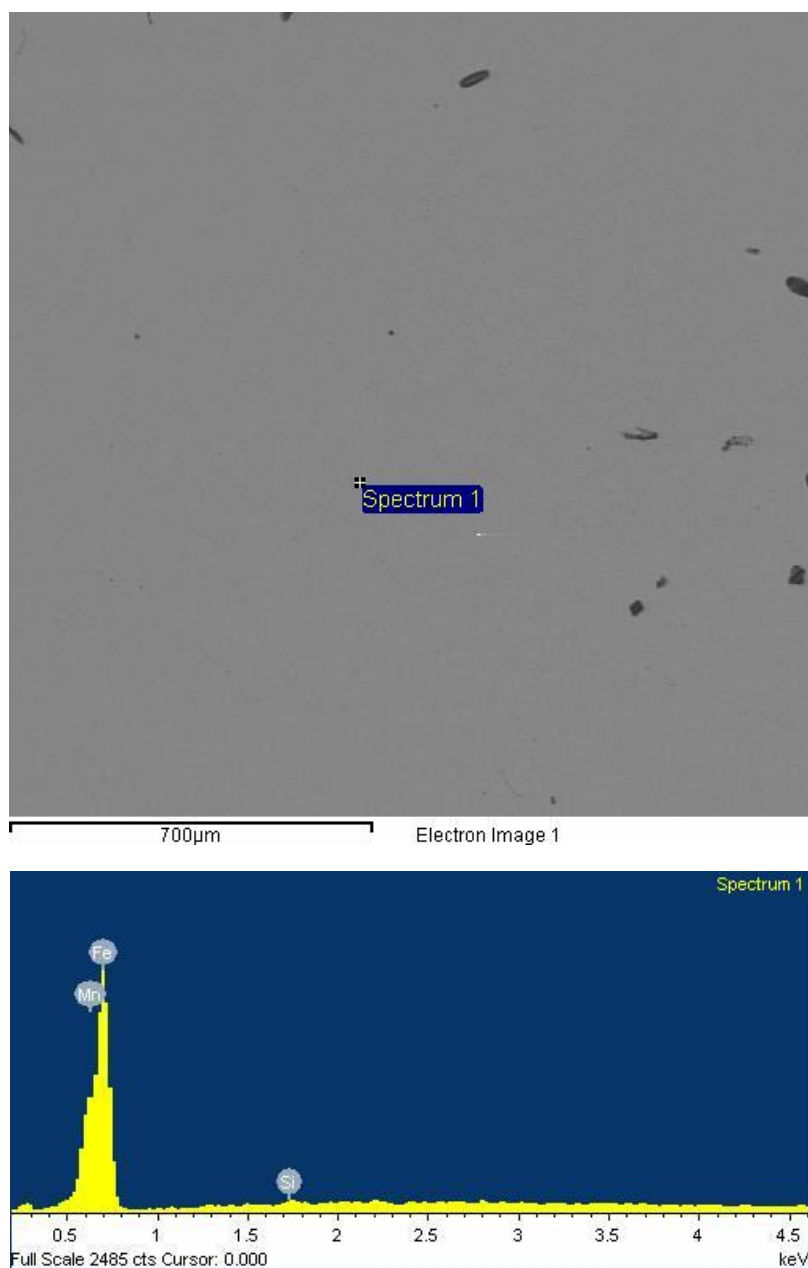
Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materiallography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 53. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 5 analiziranog SEM-om**



U području ZUT-a je vidljiva manja količina pora i uključina [Slika 53].

### 5.5.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 5 – Područje zavora

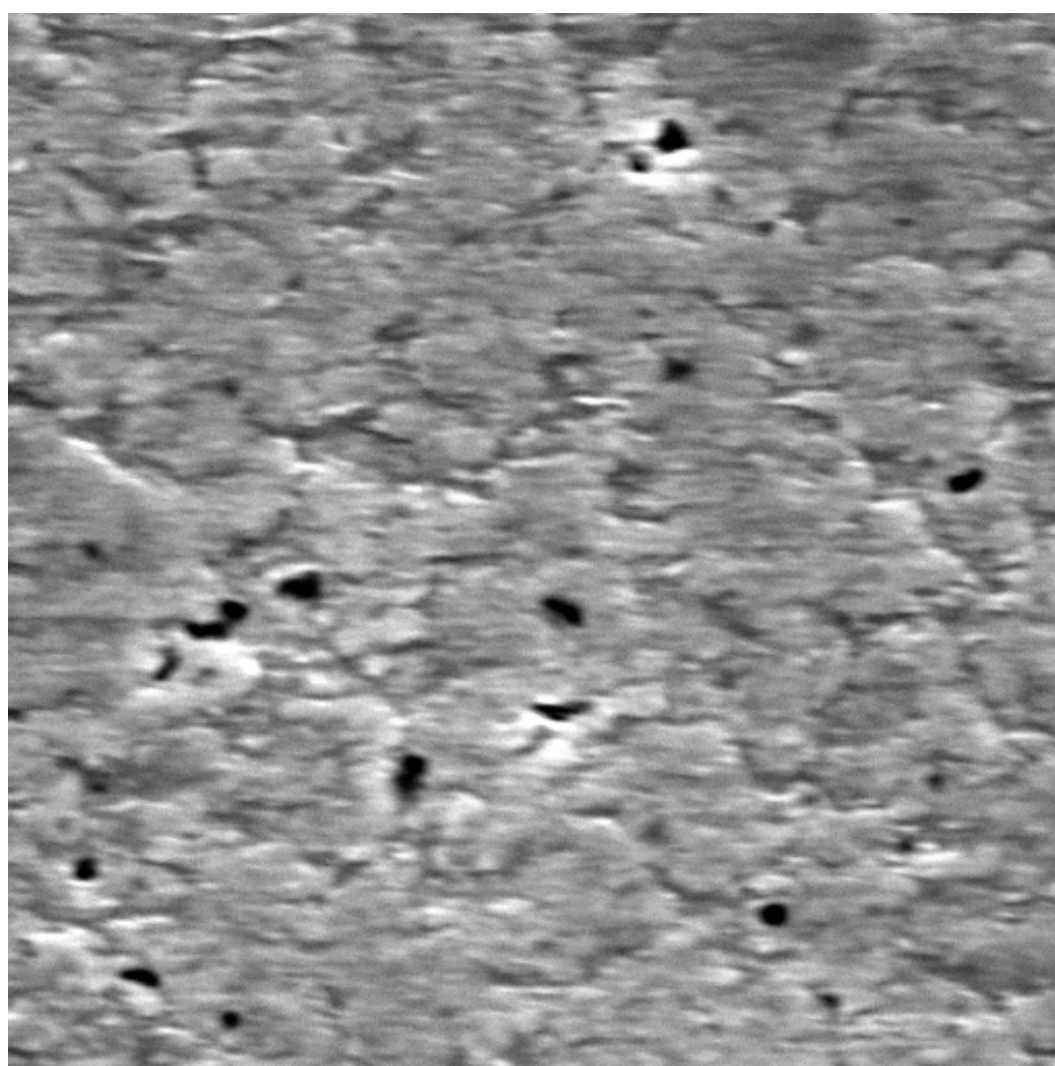


Slika 54. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 5

Točkasta analiza zavora je opet pokazala malu razliku u odnosu na linijsku analizu [Slika 54] [Tablica 27]. Razlike postaju uočljive na većim povećanjima kada na mikrostrukтури postaju vidljive pore.

Tablica 27. Sastav zavara uzorka 5 dobiven EDS točkastom metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,50	0,98
Mn	2,12	2,15
Ostalo	97,38	96,87



SEM MAG: 4.00 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 131 zavar

DET: SE Detector  
DATE: 11/20/12

10 um

Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materiallography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

Slika 55. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 5 analiziranog SEM-om

Na mikrostrukтури zavarica petog uzorka su vidljive brojne pore. Te pore su najvjerojatniji uzrok vrlo lošim rezultatima na udarnu radnju loma u materijalu zavarica. Rezultati nisu bili boljih vrijednosti ni za ZUT, ali posebno su se isticali sa lošim vrijednostima u materijalu zavarica [Slika 55].

### 5.6. Uzorak br. 6

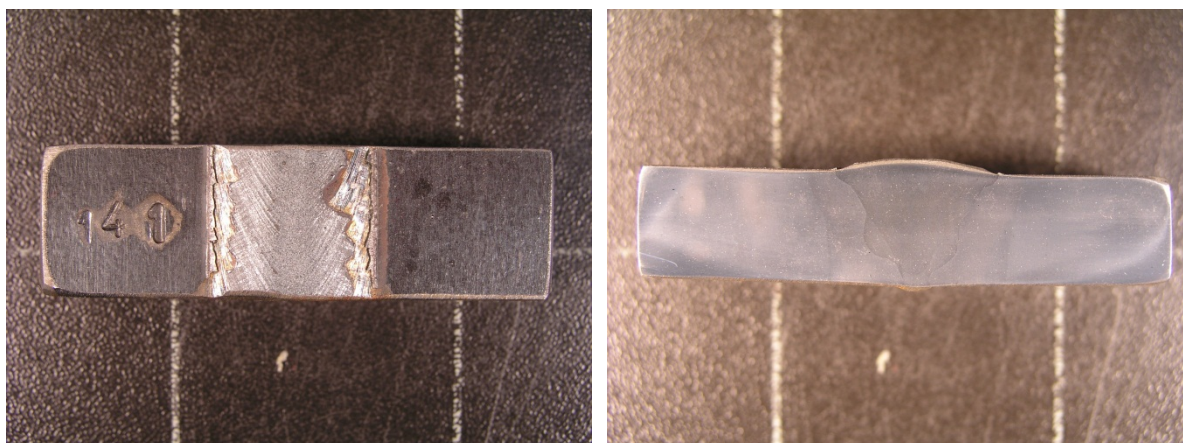
Šesti uzorak (laboratorijske oznake „141“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 28. Parametri zavarivanja šestog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
6	18	12	138,8

Šesti uzorak je imao najveću temperaturu predgrijavanja u odnosu na sve ostale [Tablica 28]. Ta temperatura je utjecala na visoku kvalitetu zavarica i najveću udarnu radnju loma u odnosu na sve prethodne uzorke (u području zavarica manju nego za uzorak br.1).

Konvencionalna granica razvlačenja i vlačna čvrstoća pokazuju jedne od najgorih rezultata u odnosu na sve pokuse<sup>6</sup>.

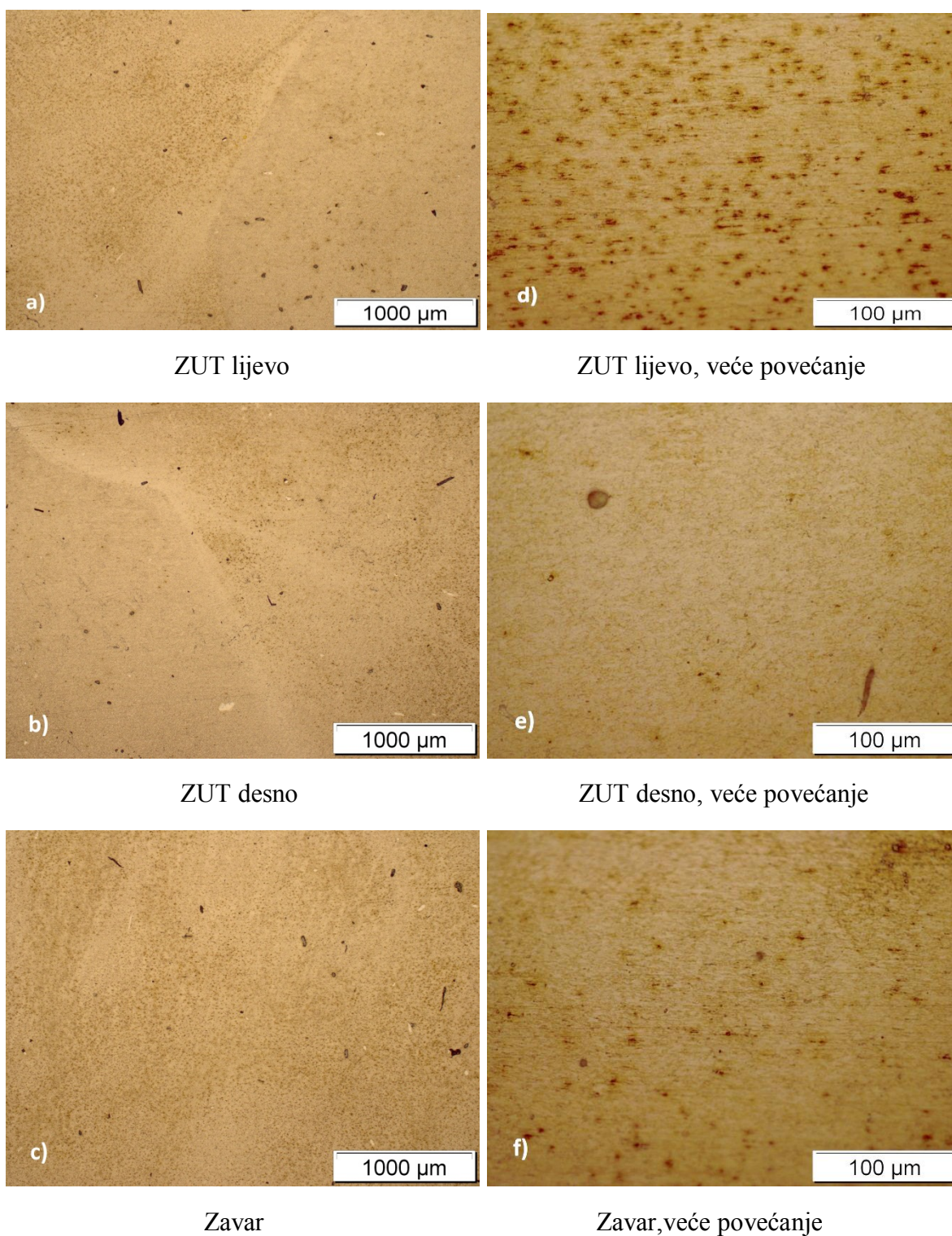


**Slika 56. Izgled površine uzorka 6 nakon nagrizanja u Nitalu**

Provjerom površine golim okom nisu vidljive greške u zavaru [Slika 56]. Isto tako vidljivo je da je geometrija zavarica izvrsna.

<sup>6</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]

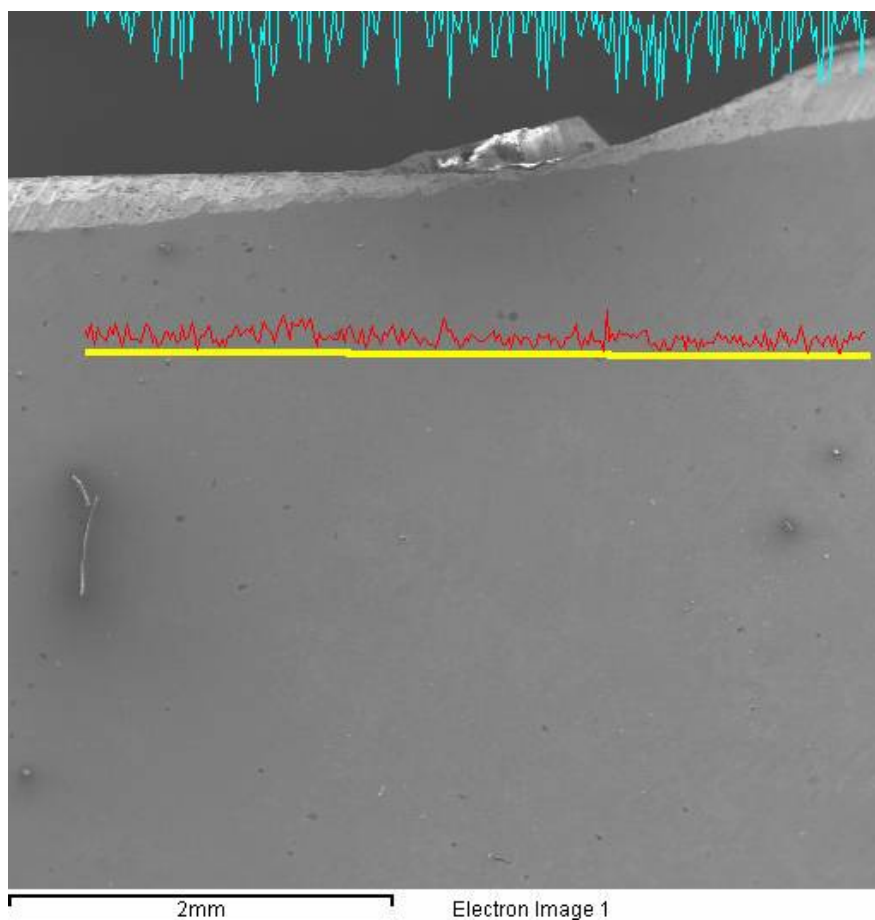




**Slika 57. Mikrostruktura uzorka 6, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

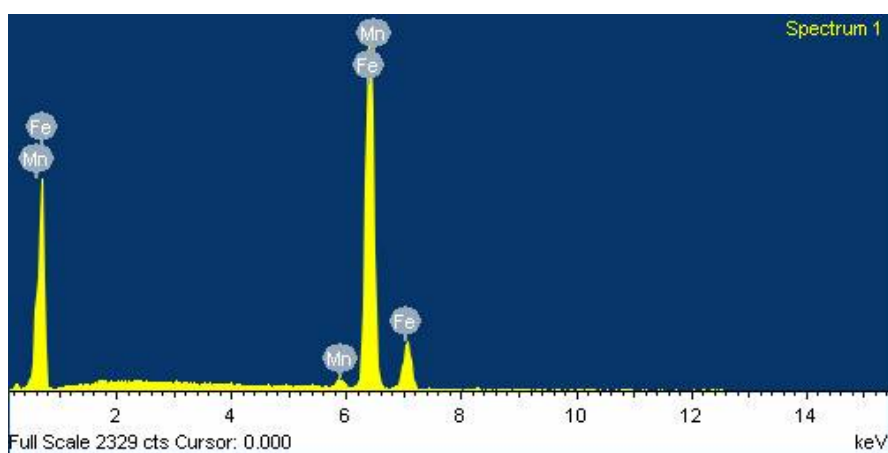
Na mikrostrukturi su teško uočljivi prijelazi (ZUT/zavar). To je razlog vrlo kvalitetnog zavara [Slika 57].

### 5.6.1. Linijska EDS analiza uzorka 6



**Slika 58. Područje linijske analize uzorka 6**

Kod šestog uzorka je zabilježen najmanji pad udjela željeza što se više približavamo zavaru [Slika 58 i 59].



**Slika 59. Linijska EDS analiza uzorka 6**

Šesti uzorak također pokazuje standardne vrijednosti linijske analize [Tablica 29].

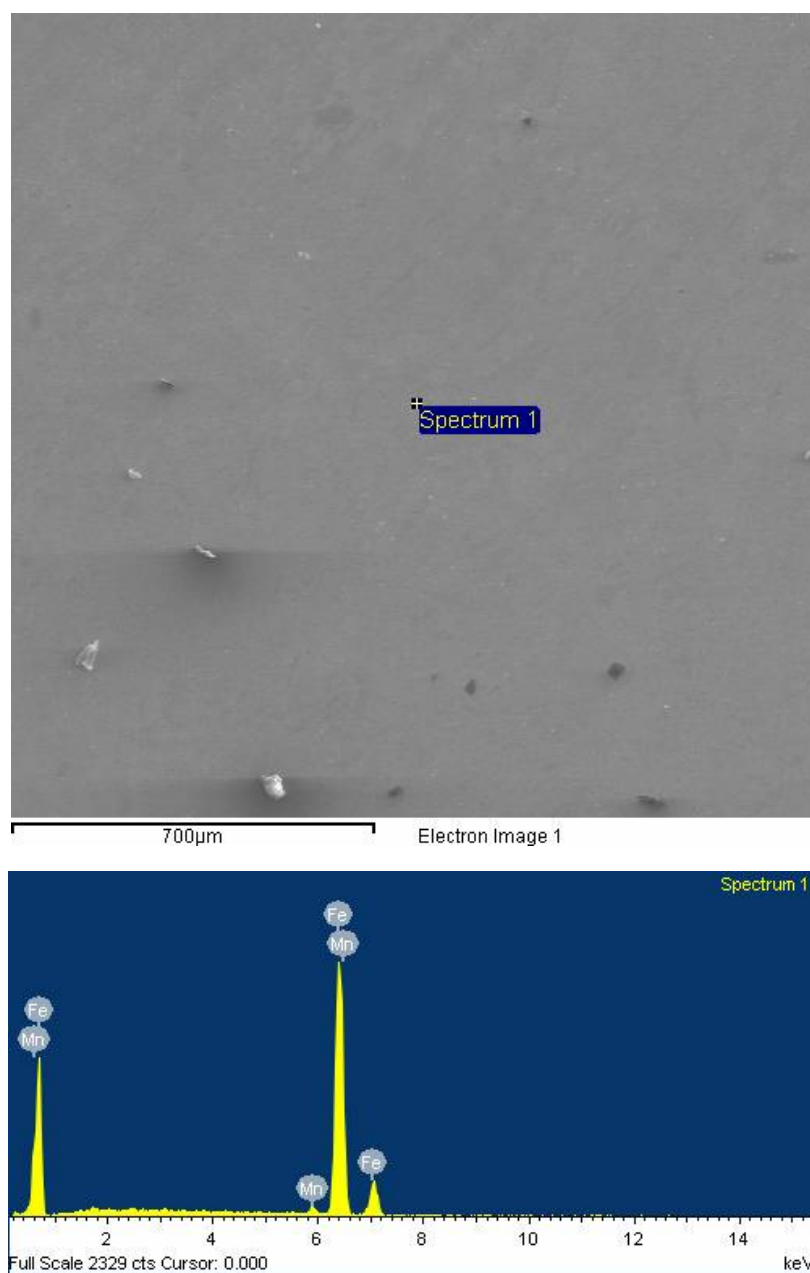


Tablica 29. Sastav uzorka 6 dobiven linijskom EDS metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,01	2,04
Ostalo	97,99	97,96

### 5.6.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 6 – Zona utjecaja topline (ZUT)

Točkasta EDS analiza ZUT-a je pokazala standardne vrijednosti [Slika 60].

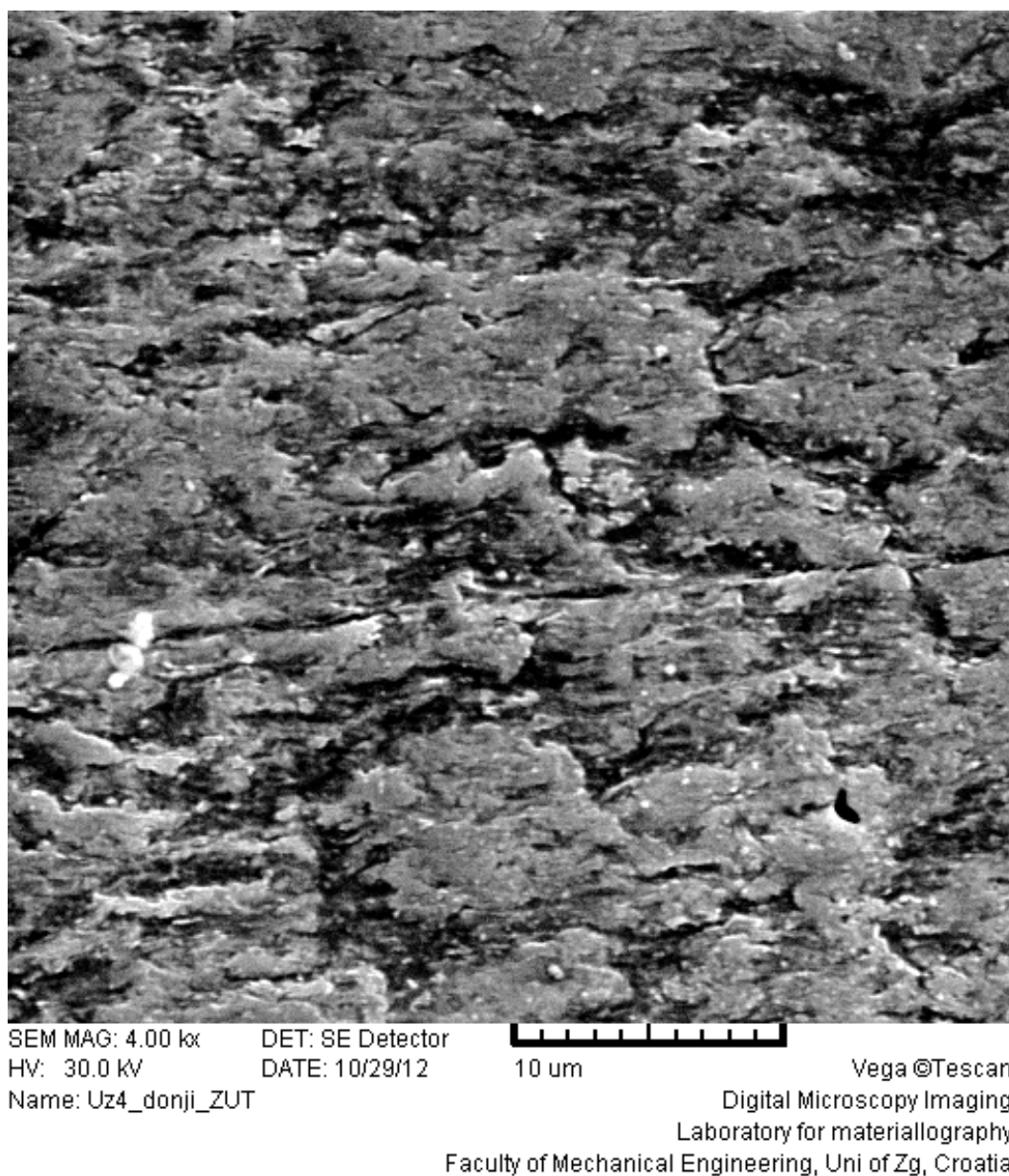


Slika 60. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 6

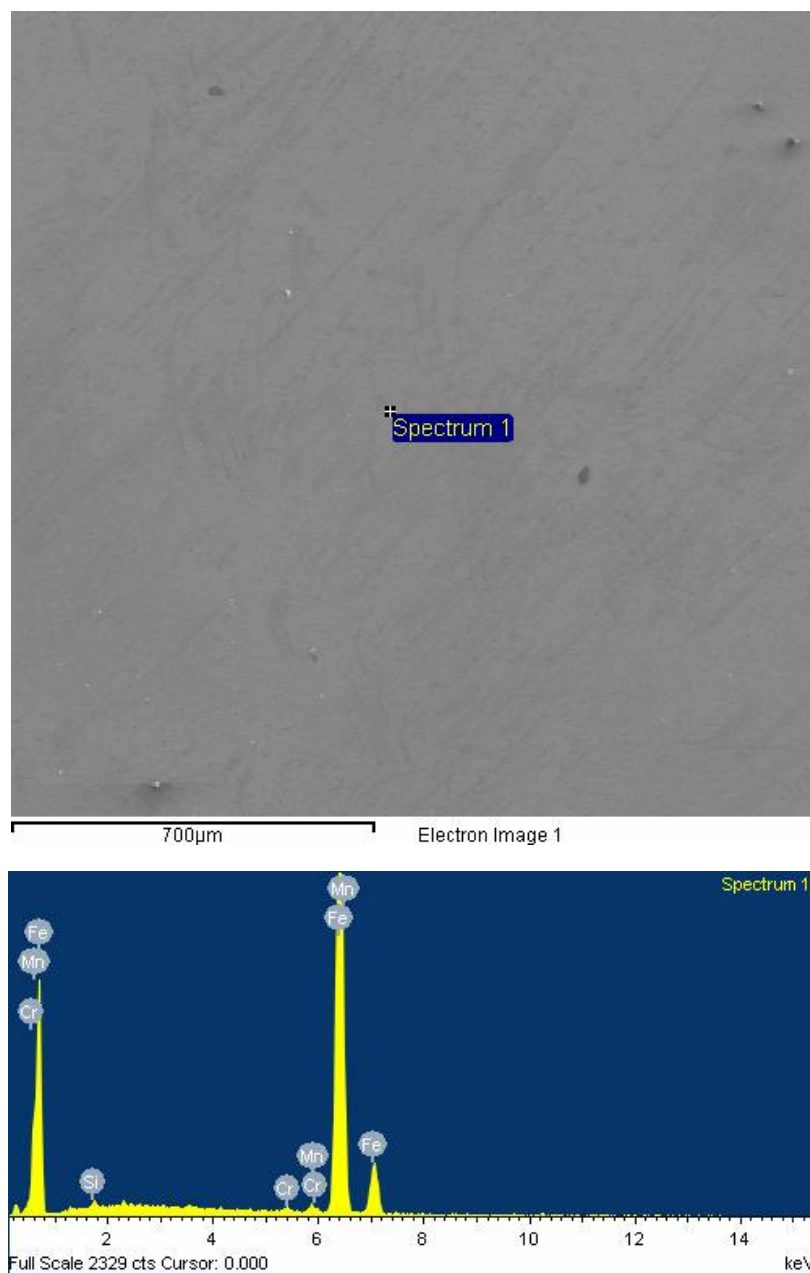
**Tablica 30. Sastav ZUT-a uzorka 6 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,28	2,31
Ostalo	97,72	97,69

Vrlo male promjene u kemijskom sastavu materijala ZUT-a su prikazane u tablici 30. Isto tako u mikrostrukтури je vidljiva mala količina pora [Slika 61].

**Slika 61. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 6 analiziranog SEM-om**

### 5.6.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 6 – Područje zavora



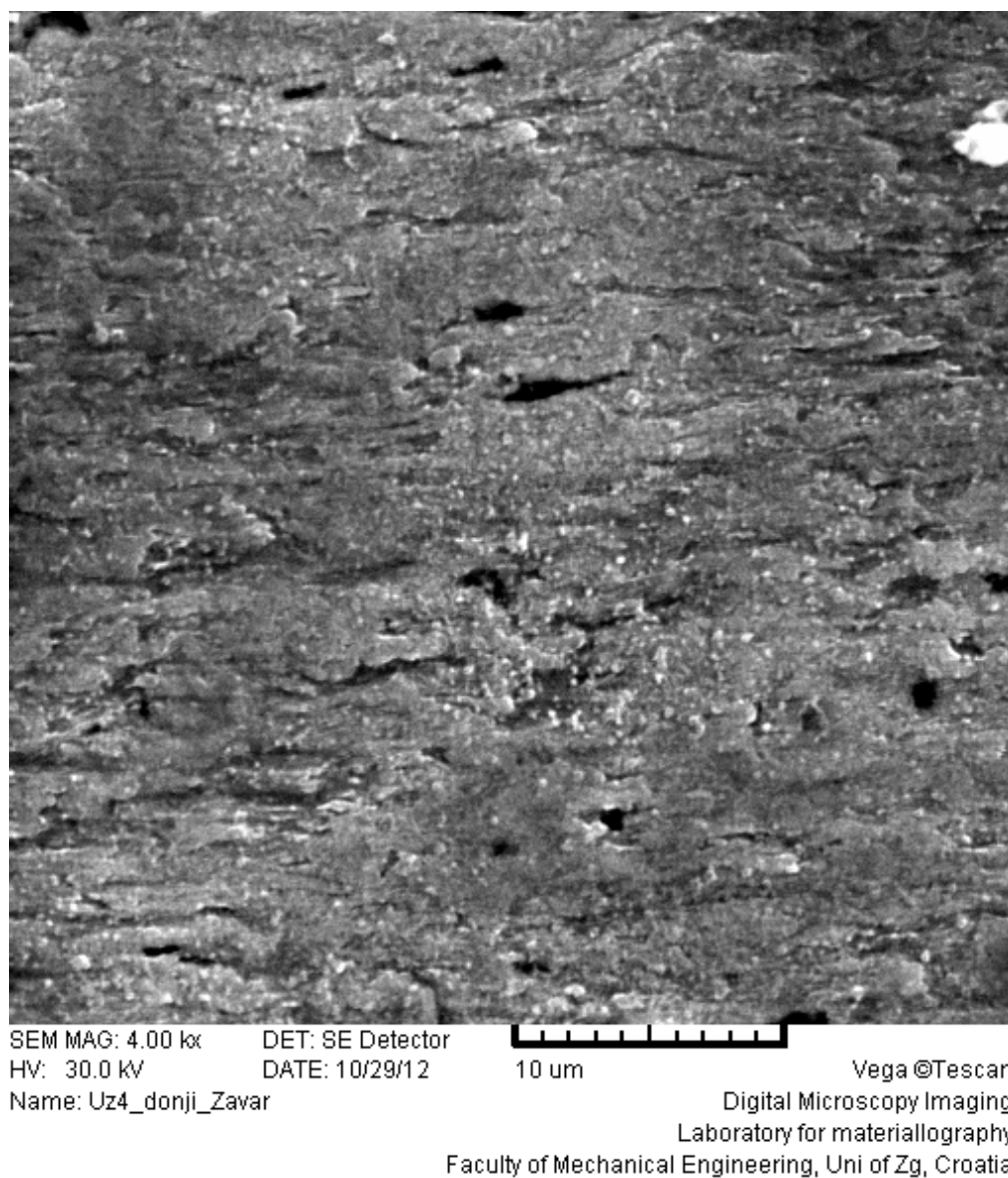
Slika 62. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 6

U materijalu zavora šestog uzorka se pojavljuje krom i silikati. Njihov udio je na razini prošlih uzoraka bez većeg odstupanja [Slika 62] [Tablica 31].

**Tablica 31. Sastav zavara uzorka 6 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,65	1,28
Cr	0,52	0,55
Mn	1,31	1,33
Ostalo	97,52	96,84

Mikrostruktura pokazuje malo veći udio pora nego u zoni ZUT-a [Slika 63].

**Slika 63. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 6 analiziranog SEM-om**



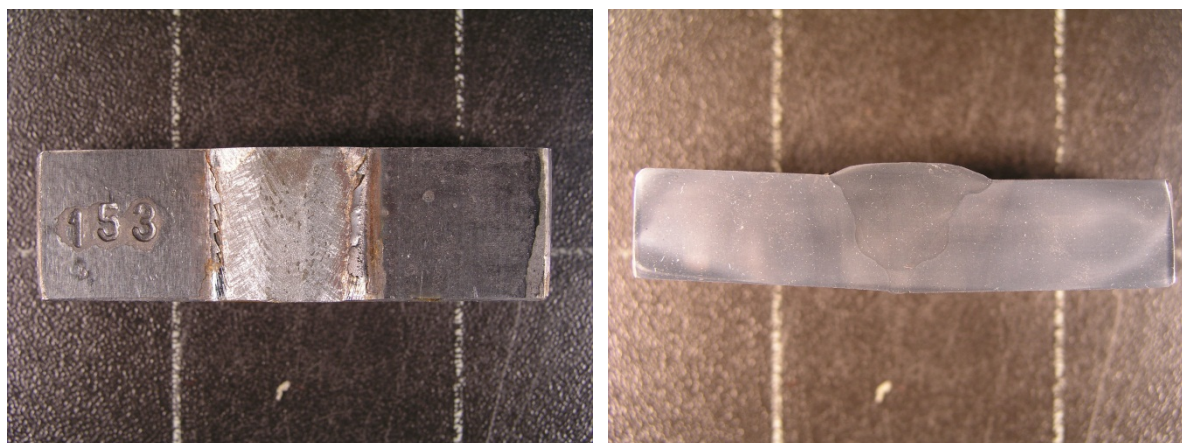
### 5.7. Uzorak br. 7

Sedmi uzorak (laboratorijske oznake „153“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 32. Parametri zavarivanja sedmog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
7	18	12	80

Sedmi uzorak ima sve iste parametre zavarivanja kao i prvi uzorak sa tom razlikom da je zavarivan sa 10% većim udjelom CO<sub>2</sub> u argonu [Tablica 32]. To je za posljedicu imalo puno manje vrijednosti na ispitivanju udarne radnje loma i konvencionalne granice razvlačenja<sup>7</sup>.

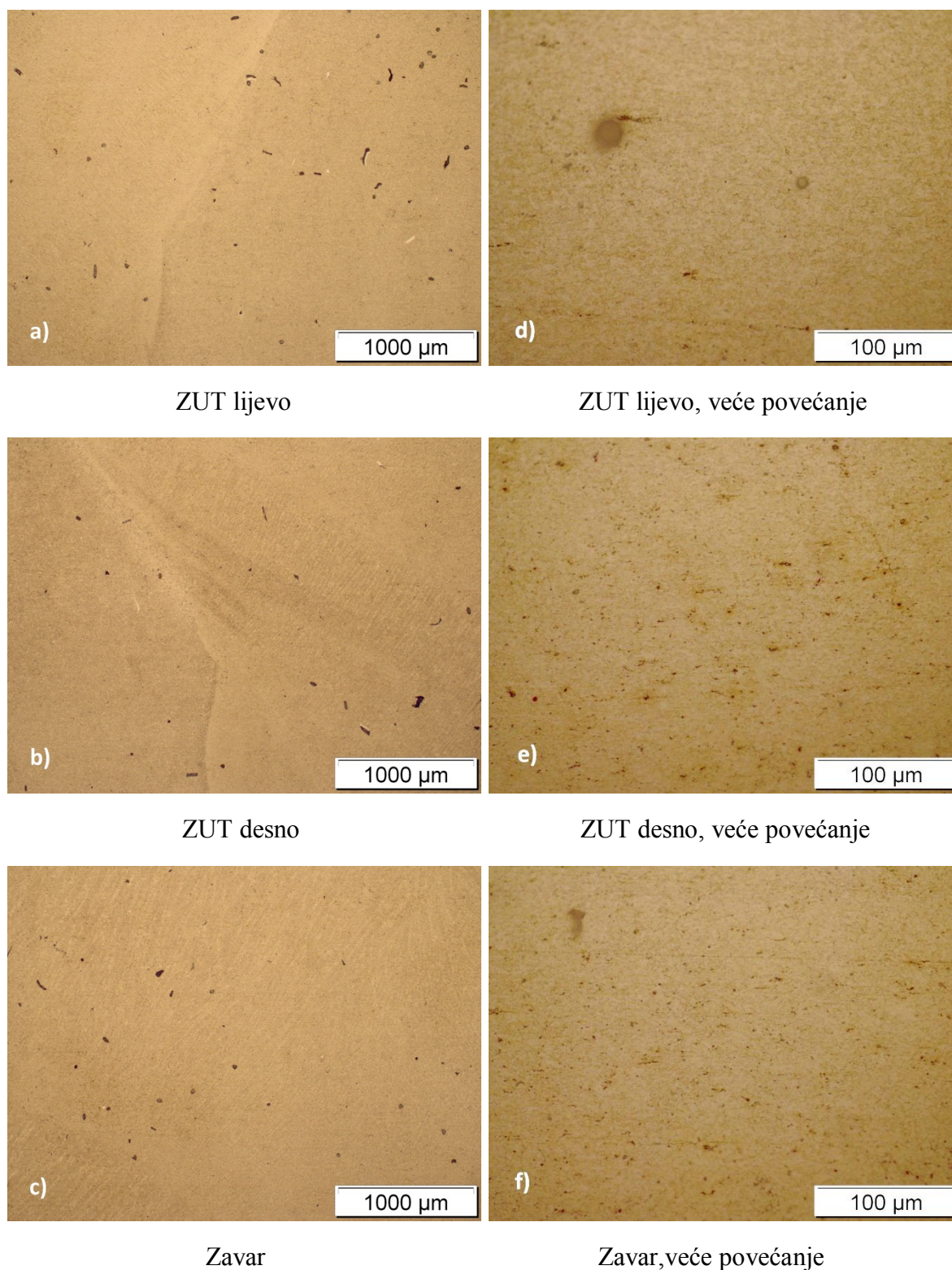


**Slika 64. Izgled površine uzorka 7 nakon nagrivanja u Nitalu**

Mikrostruktura uzorka gledana golim okom ne pokazuje nikakve greške prilikom zavarivanja. Zona ZUT-a je vidljivo manja na lijevoj strani uzorka u odnosu na desnu. Geometrija zavara je zadovoljavajuće kvalitete iako je nešto lošija od npr. šestog uzorka [Slika 64].

<sup>7</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]

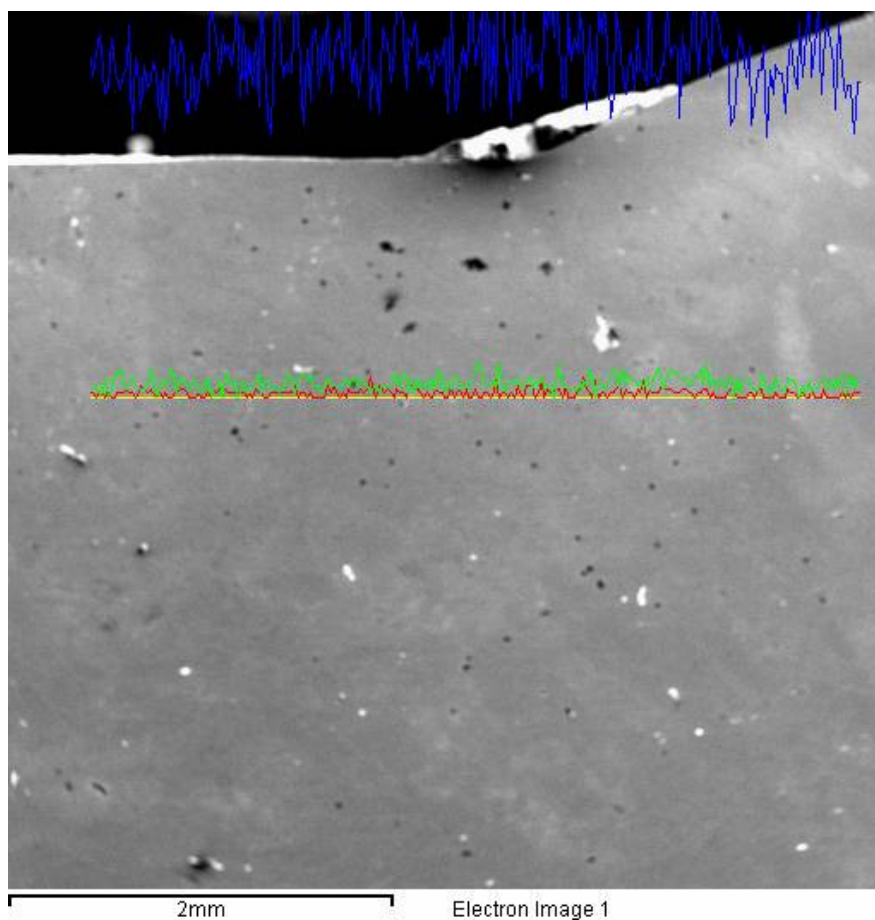




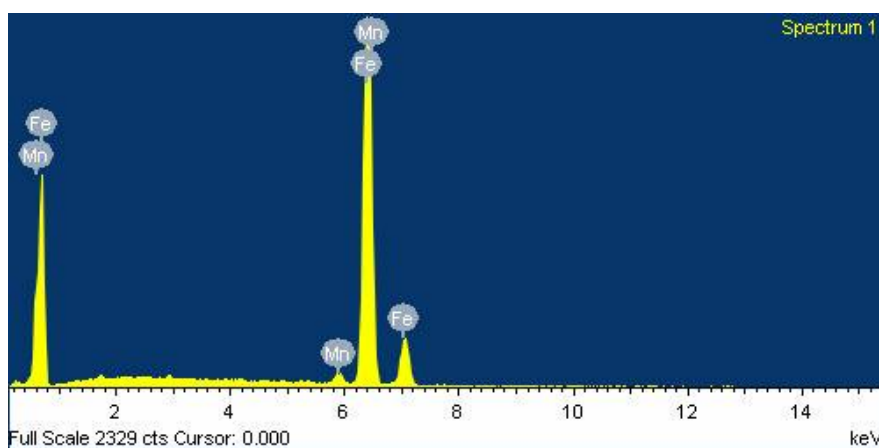
**Slika 65. Mikrostruktura uzorka 7, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

Gledano svjetlosnim mikroskopom vidljivi su blagi i teško uočljivi prijelazi mikrostrukture iz zone ZUT-a u materijal zavara [Slika 65].

### 5.7.1. Linijska EDS analiza uzorka 7



Slika 66. Područje linijske analize uzorka 7



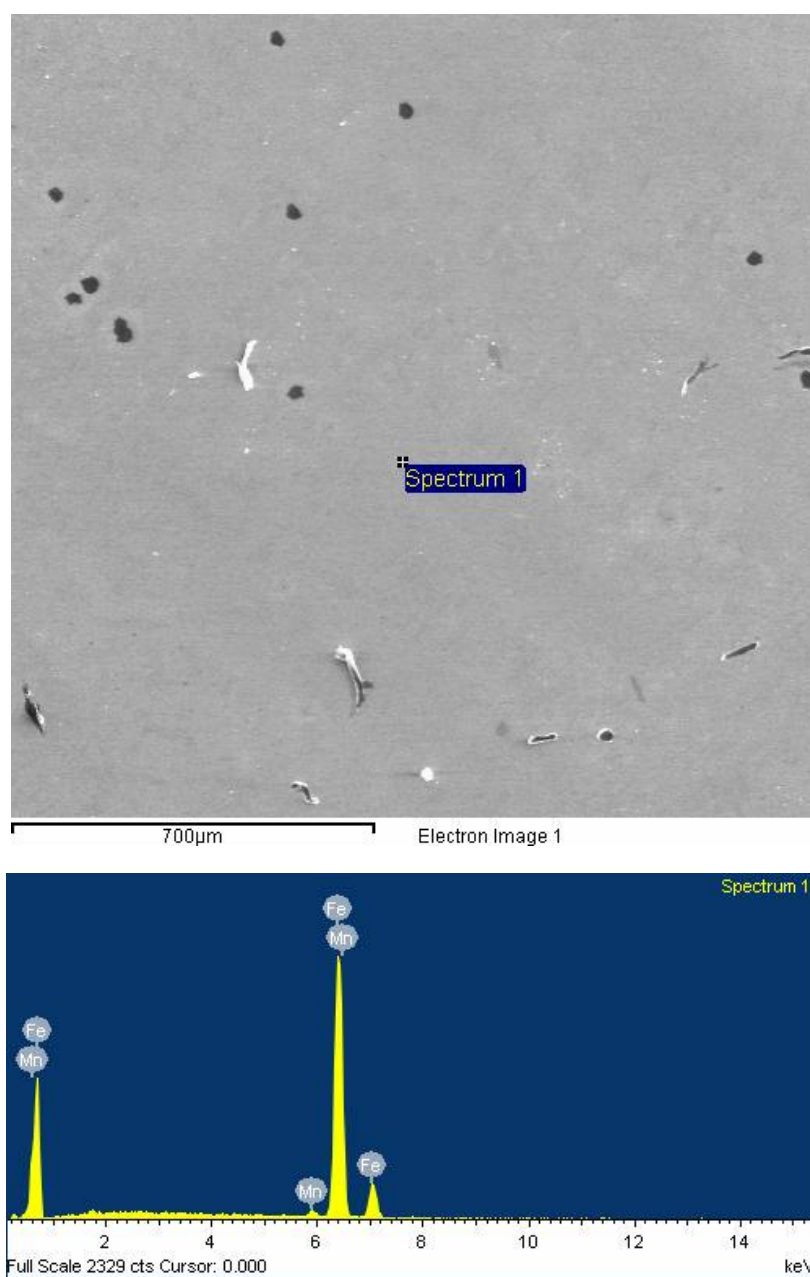
Slika 67. Linijska EDS analiza uzorka 7

U linijskoj EDS analizi sedmog uzorka vidljiv je mali pad željeza i mangana što se više približavamo materijalu zavara, slično kao i kod šestog uzorka [Slika 66 i 67]. Kemijski sastav linijske analize je prikazan u tablici 33.

Tablica 33. Sastav uzorka 7 dobiven linijskom EDS metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,46	2,50
Ostalo	97,54	97,50

### 5.7.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 7 – Zona utjecaja topline (ZUT)



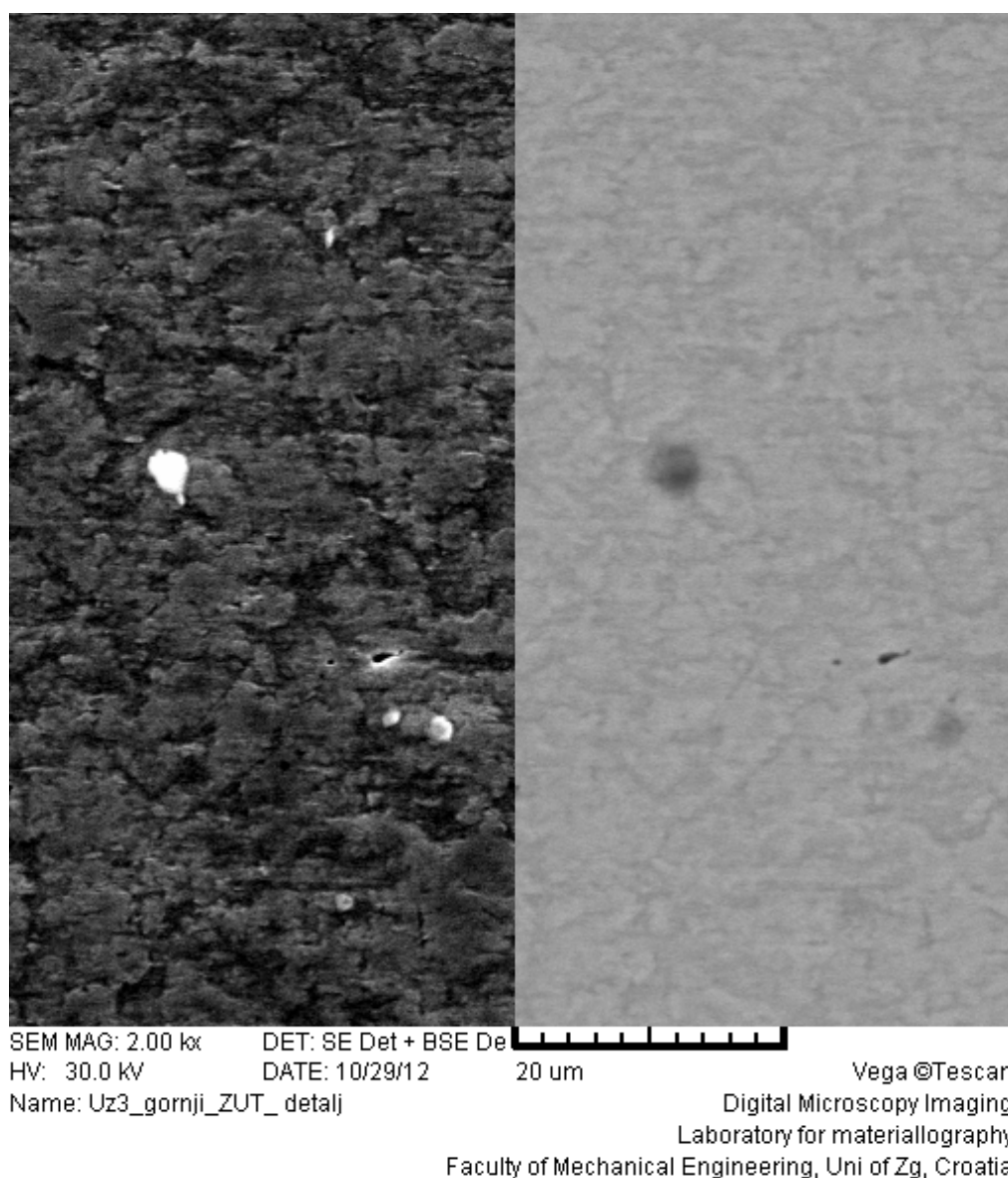
Slika 68. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 7



U točkastoj analizi zone ZUT-a je vidljiv povećani broj pora u odnosu na isto područje kod drugih uzoraka [Slika 68]. U sastavu nema većih promjena u odnosu na linijsku analizu [Tablica 34].

**Tablica 34. Sastav ZUT-a uzorka 7 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	1,89	1,92
Ostalo	98,11	98,08



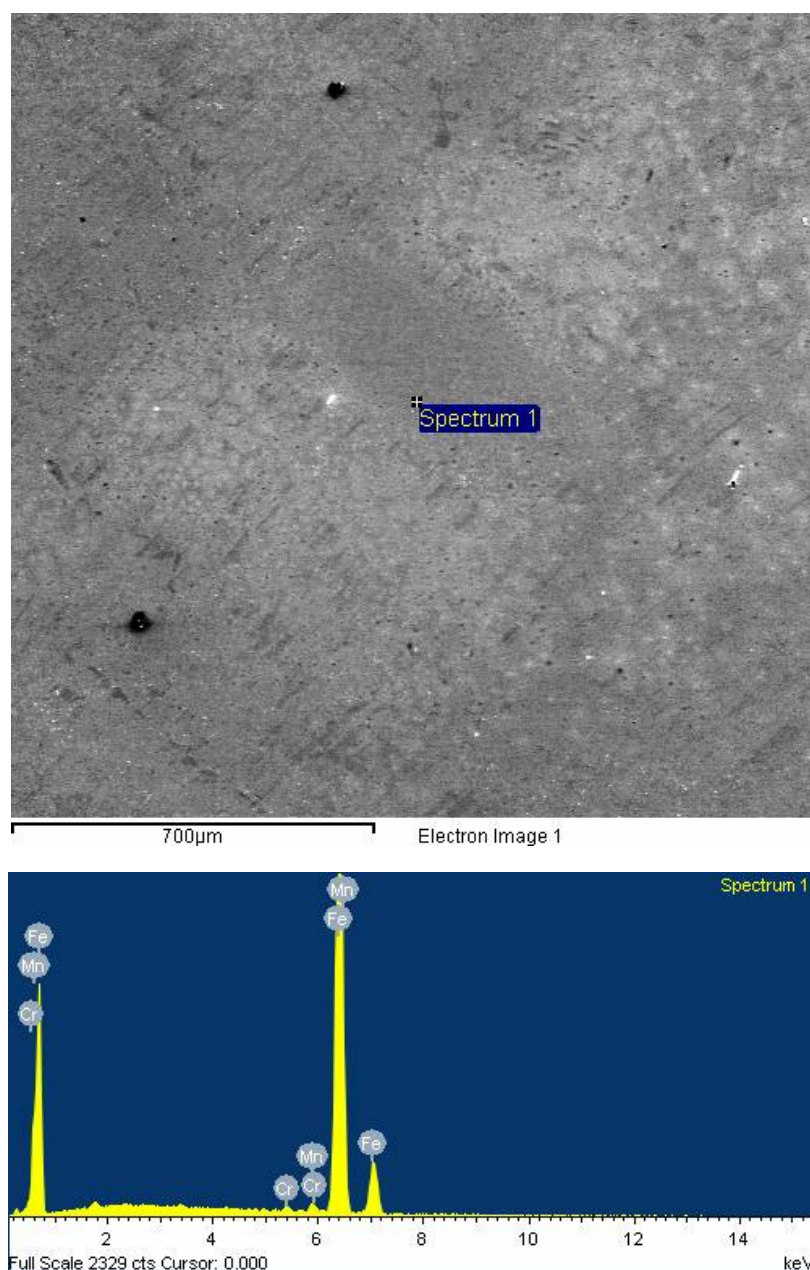
**Slika 69. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 7 analiziranog SEM-om**

**Lijevi dio slike prikazuje mikrostrukturu gledanu sa detektorom sekundarnih elektrona**

**Desni dio slike prikazuje mikrostrukturu gledanu sa „Backscatter“ detektorom**

Na slici 69 je najbolji primjer zašto se topografija površine radi sa sekundarnim detektorom elektrona a sastav sa „backscatter“ detektorom. Rezolucija topografije površine koja se dobije sa detektorom sekundarnih elektrona je neusporedivo bolja u odnosu na druge detektore, ali kad trebamo analizirati sastav onda svaka pora i uključak na slici dolaze do izražaja sa „backscatter“ detektorom [Slika 69].

### 5.7.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 7 – Područje zavara



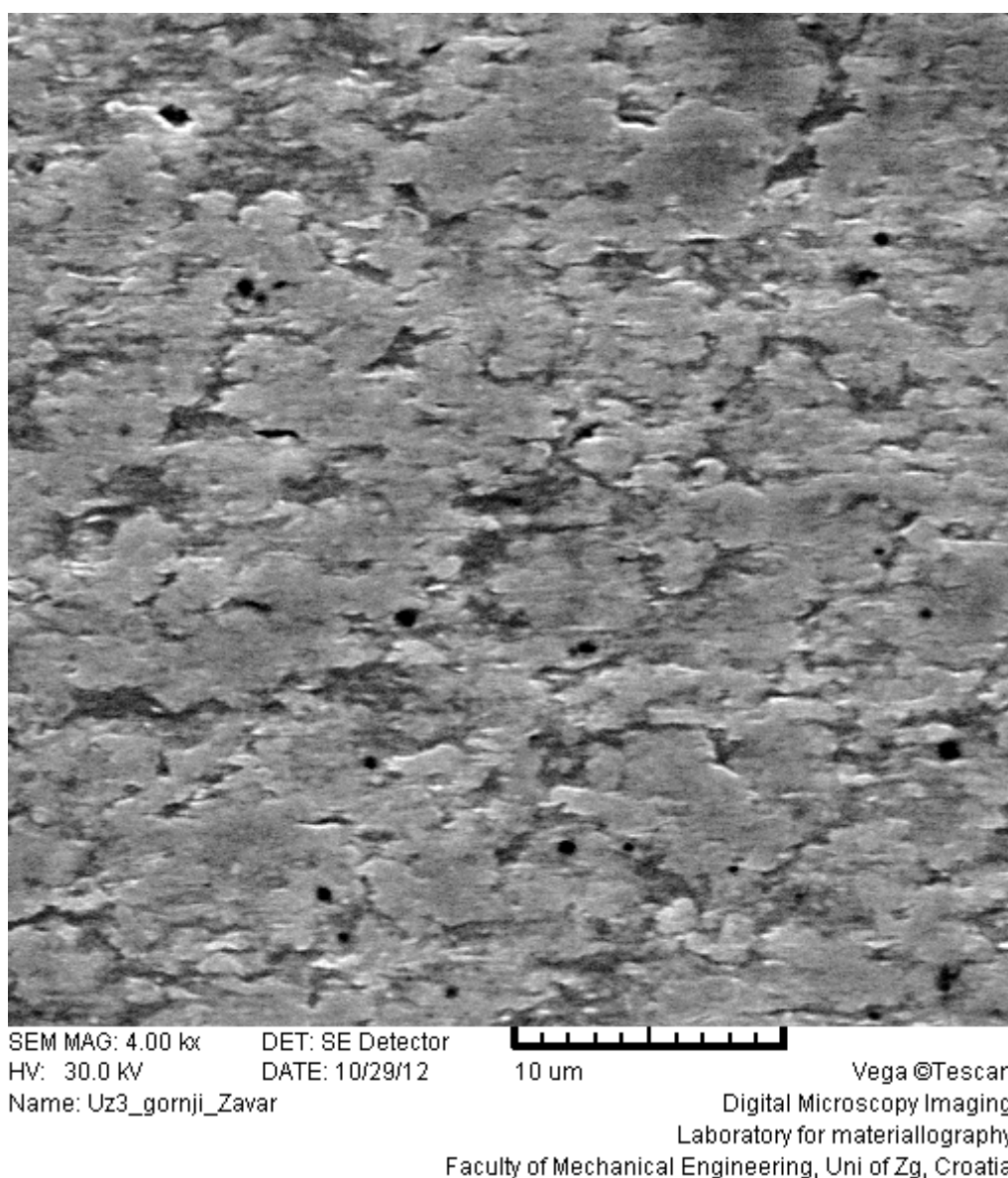
Slika 70. Točkasta EDS analiza zavara uzorka 7



Kod točkaste analize zavara vidimo da je uređaj registrirao prisutnost kroma. Njegova količina je vrlo malo i odgovara kemijskom sastavu dodatnog materijala (žice) [Slika 70] [Tablica 35].

**Tablica 35. Sastav zavara uzorka 7 dobiven EDS točkastom metodom**

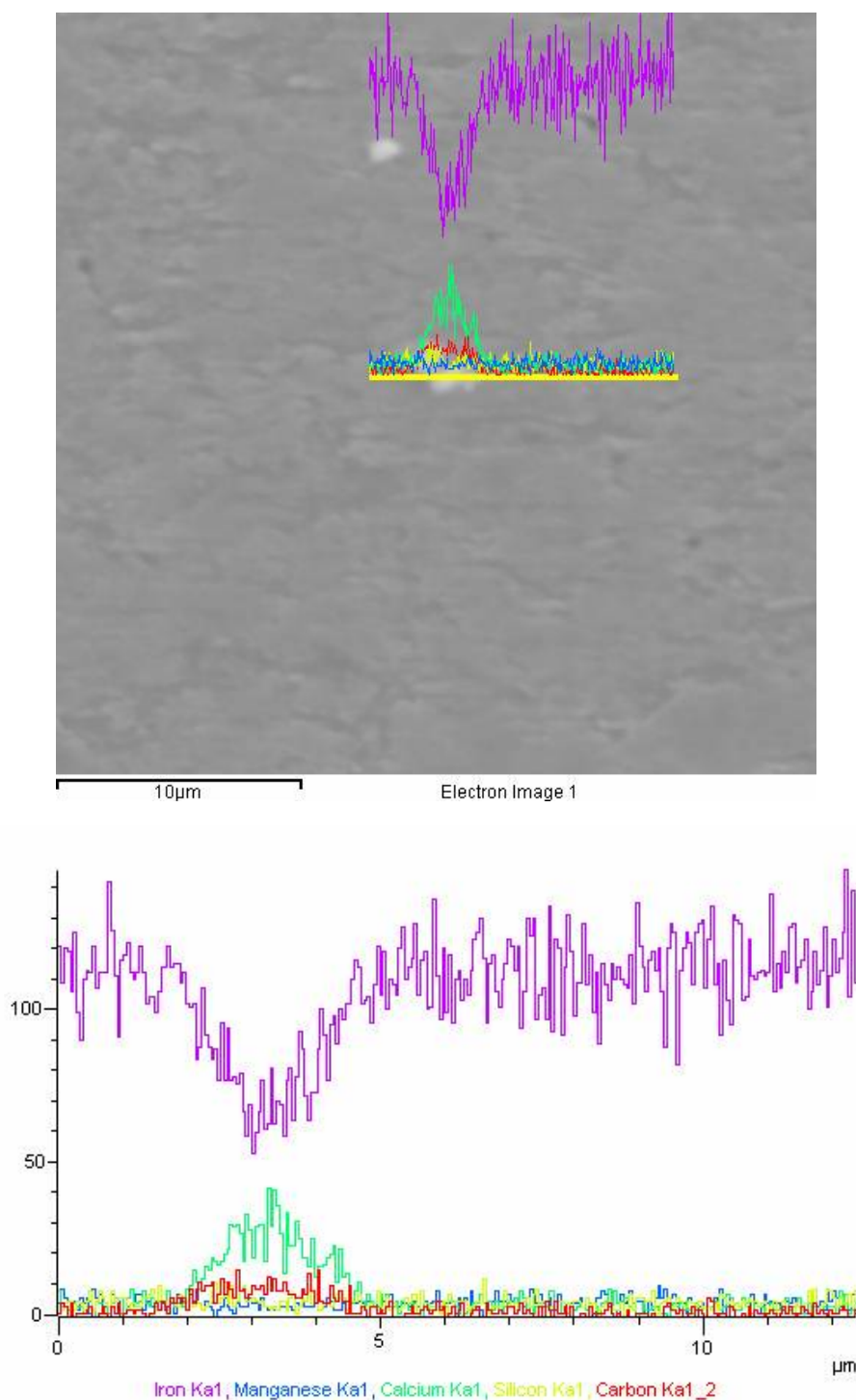
Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Cr	0,81	0,87
Mn	1,58	1,60
Ostalo	97,62	97,53



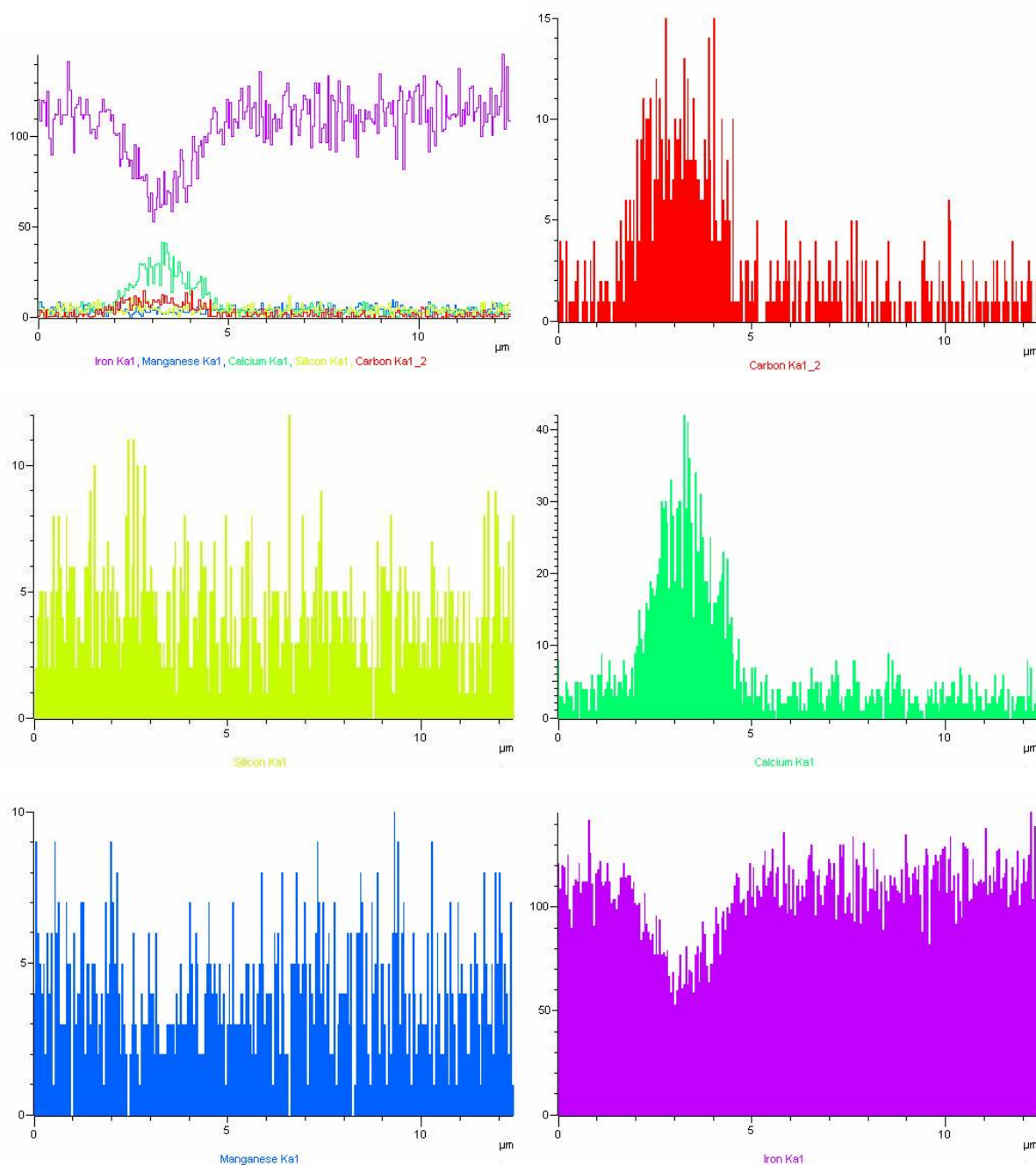
**Slika 71. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 7 analiziranog SEM-om**

U mikrostrukтури zavora sedmog uzorka su vidljive mnoge pore i uključci [Slika 71]. U poglavlju 5.7.4. je napravljena linijska analiza jednog od uključaka.

#### 5.7.4. Linijska EDS analiza uključine u području zavora uzorka 7



Slika 72. Linijska EDS analiza uključka u području zavora za uzorak 7



**Slika 73. Spektar sastava uključka u području zavora za uzorak 7**

Uključak se nalazi na udaljenosti od približno 2,4 – 4,5  $\mu\text{m}$  mjerene linijske analize [Slika 72]. Vidimo da u tom području dolazi do naglog pada udjela željeza (ljubičasto) i blagog pada udjela mangana (plavo), dok u istom trenutku dolazi do naglog porasta udjela ugljika (crveno) i kalcija (zeleno). Silicij (žuto) ostaje nepromjenjiv na cijeloj dužini linijske analize [Slika 73].

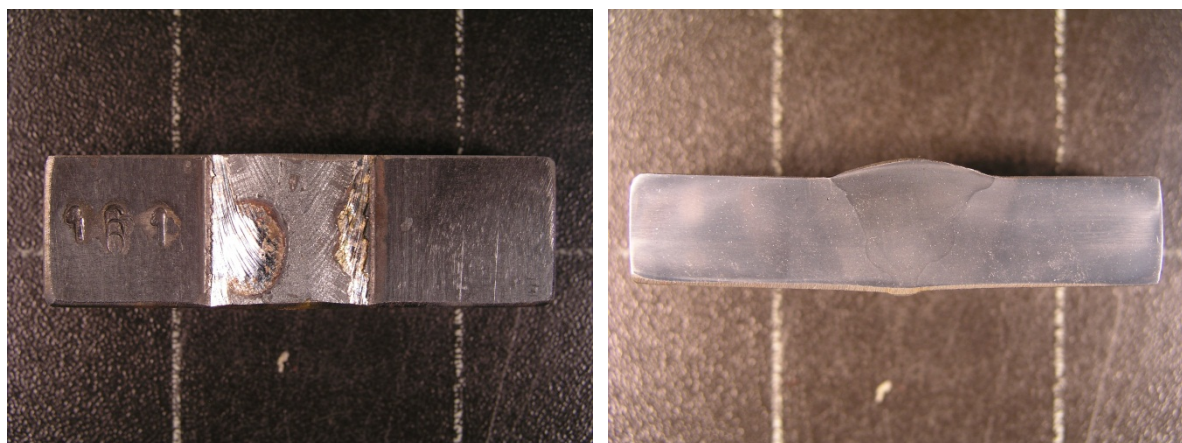
### 5.8. Uzorak br. 8

Osmi uzorak (laboratorijske oznake „161“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

**Tablica 36. Parametri zavarivanja osmog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
8	18	12	80

Osmi uzorak ima iste parametre zavarivanja kao i uzorak br.7 i uzorak br.9 [Tablica 36]. To nam omogućuje uvid u odstupanja rezultata mjerenja. Ta odstupanja su minimalna kad uspoređujemo udarnu radnju loma i vlačnu čvrstoću. Malo veća odstupanja su se pojavila kod mjerenja konvencionalne granice razvlačenja<sup>8</sup>.

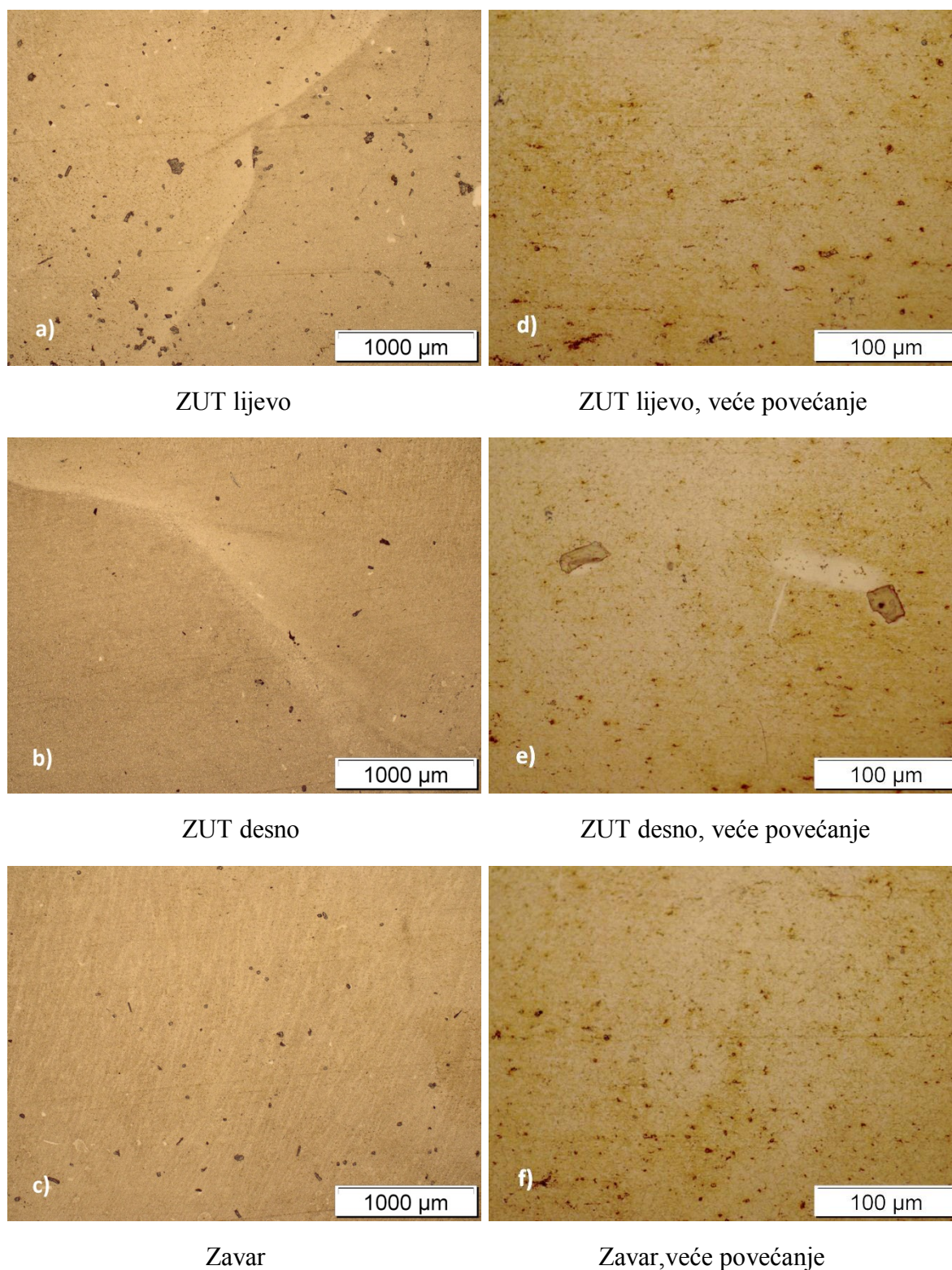


**Slika 74. Izgled površine uzorka 8 nakon nagrizanja u Nitalu**

Kvaliteta zavara gledana golim okom je zadovoljavajuća [Slika 74]. Nisu vidljive nikakve greške niti veće pore. Geometrija zavara je adekvatna.

<sup>8</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]



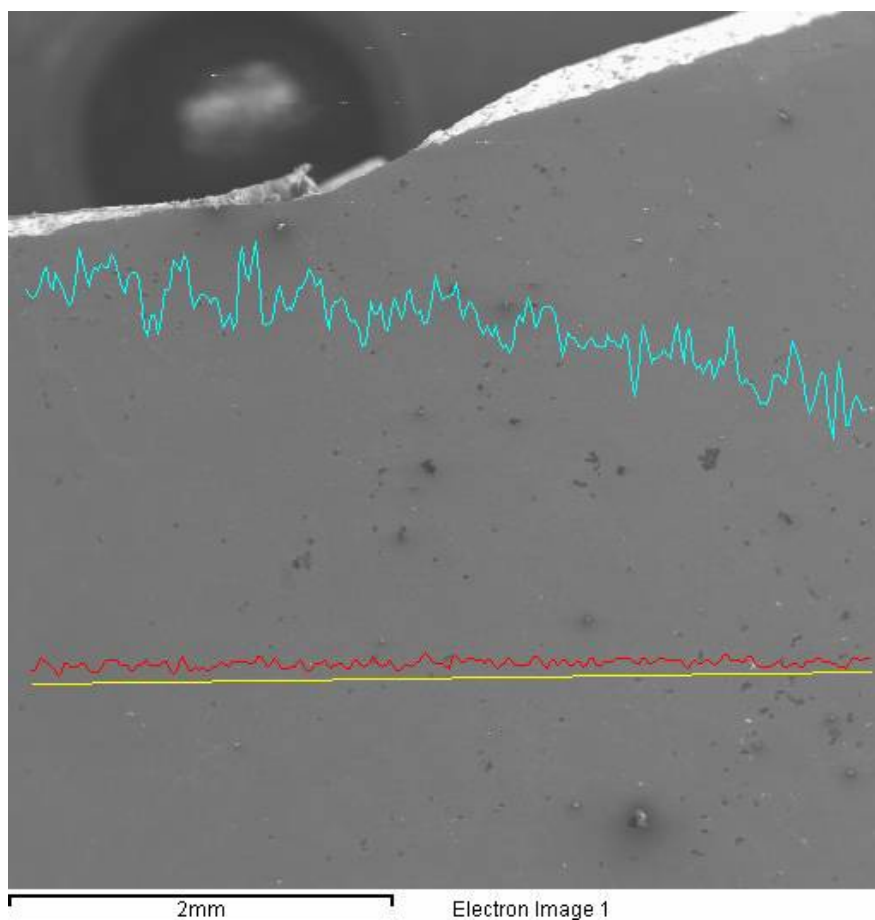


**Slika 75. Mikrostruktura uzorka 8, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

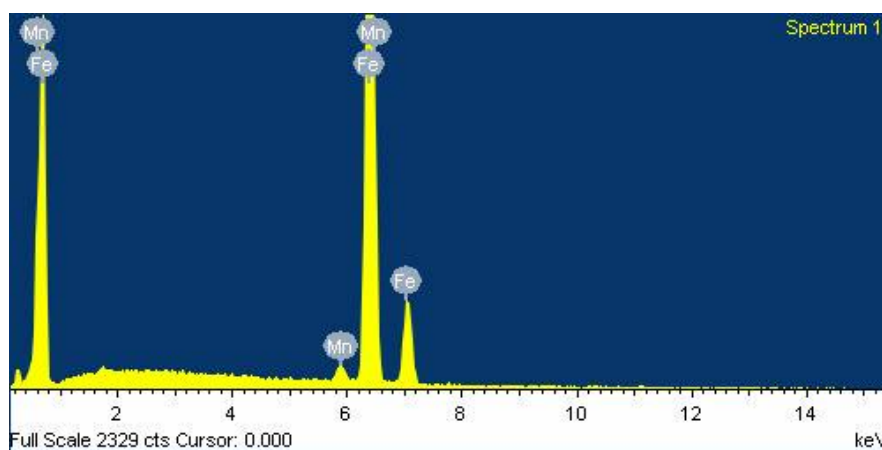
Gledano svjetlosnim mikroskopom u mikrostrukturi nisu vidljive pore [Slika 75]. Prijelazi iz zone ZUT-a u materijal zavora su vrlo izraženi i lagano uočljivi.



### 5.8.1. Linijska EDS analiza uzorka 8



Slika 76. Područje linijske analize uzorka 8



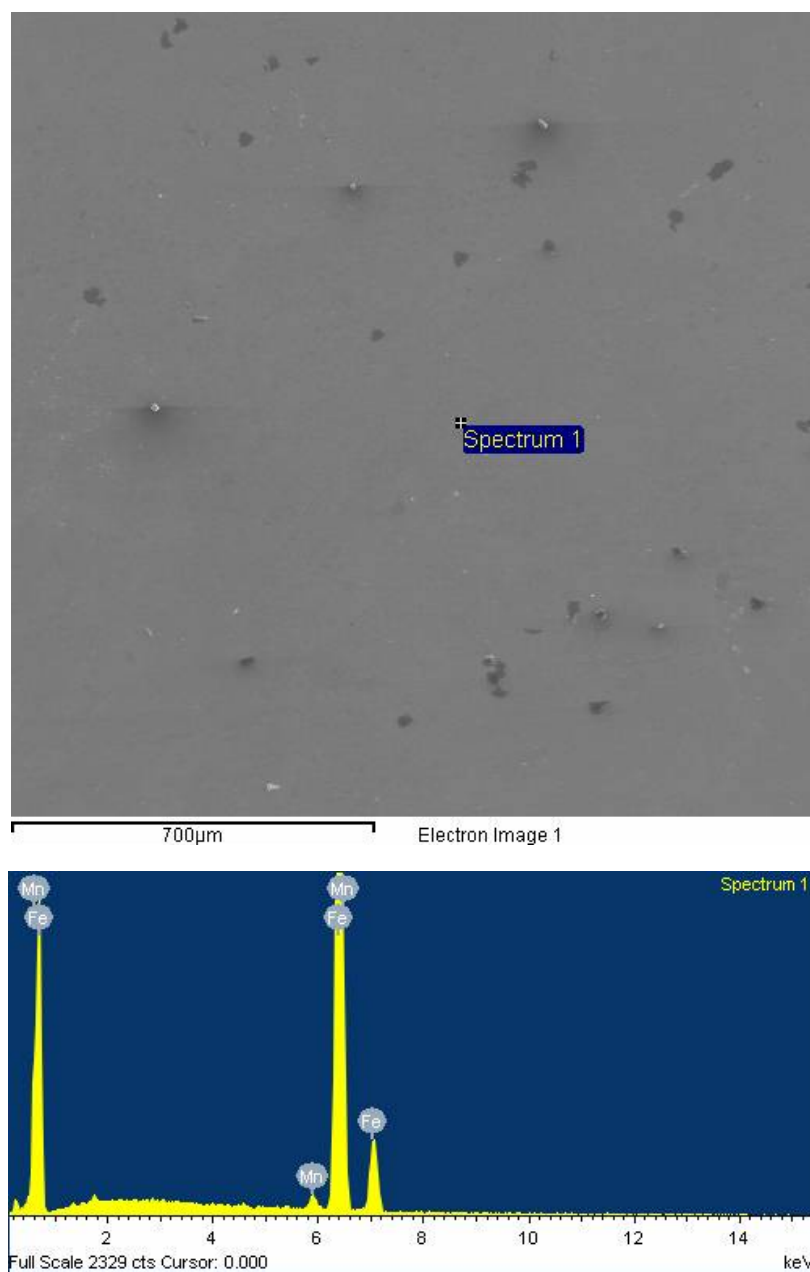
Slika 77. Linijska EDS analiza uzorka 8

U linijskoj analizi osmog uzorka je vidljiv nagli pad željeza što se više približavamo materijalu zavora. Mangan također blago opada [Slika 76 i 77]. Sastav analiziranog uzorka je sličan kao i kod prethodno analiziranih uzoraka [Tablica 37].

Tablica 37. Sastav uzorka 8 dobiven linijskom EDS metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	1,99	2,02
Ostalo	98,01	97,98

### 5.8.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 8 – Zona utjecaja topline (ZUT)

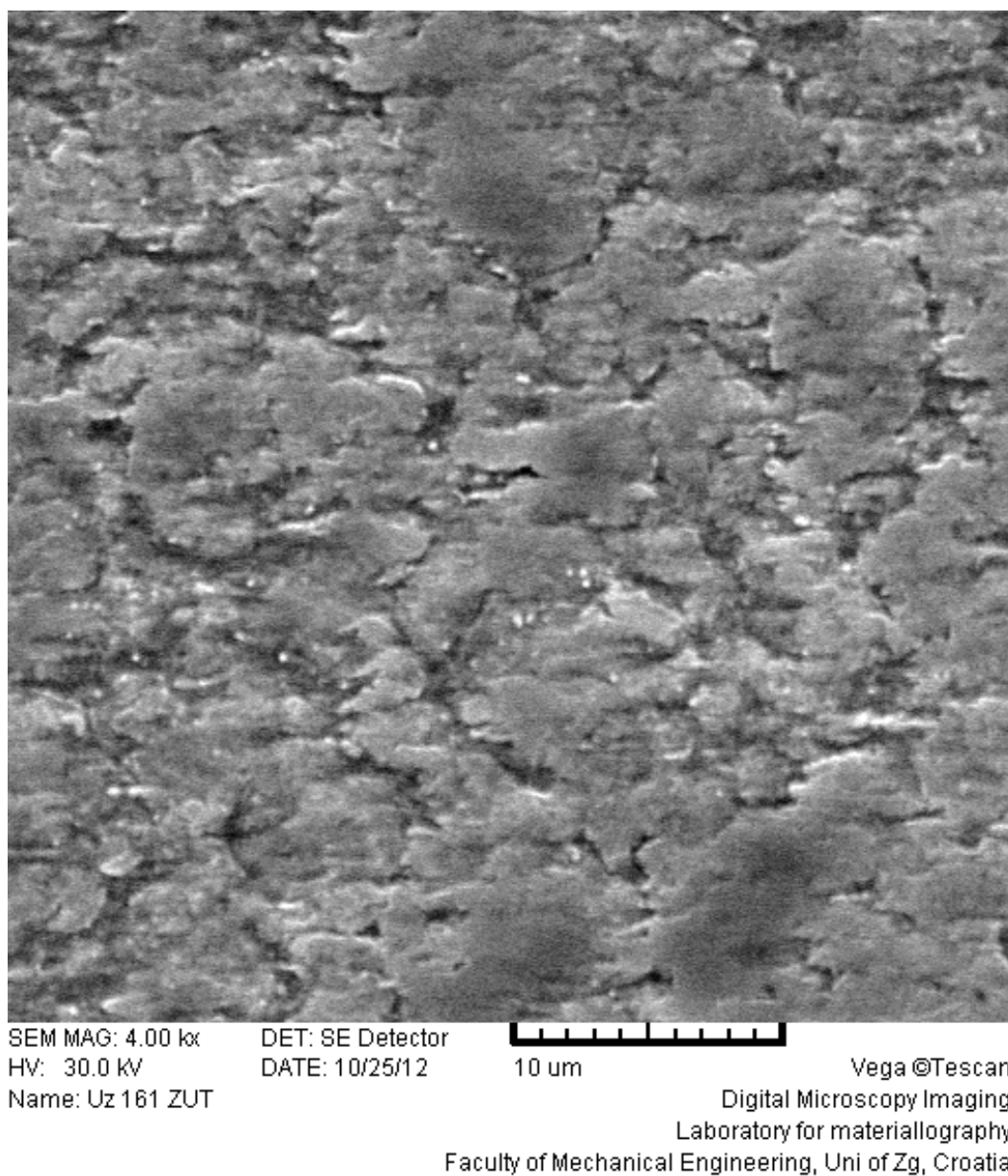


Slika 78. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 8

**Tablica 38. Sastav ZUT-a uzorka 8 dobiven EDS točkastom metodom**

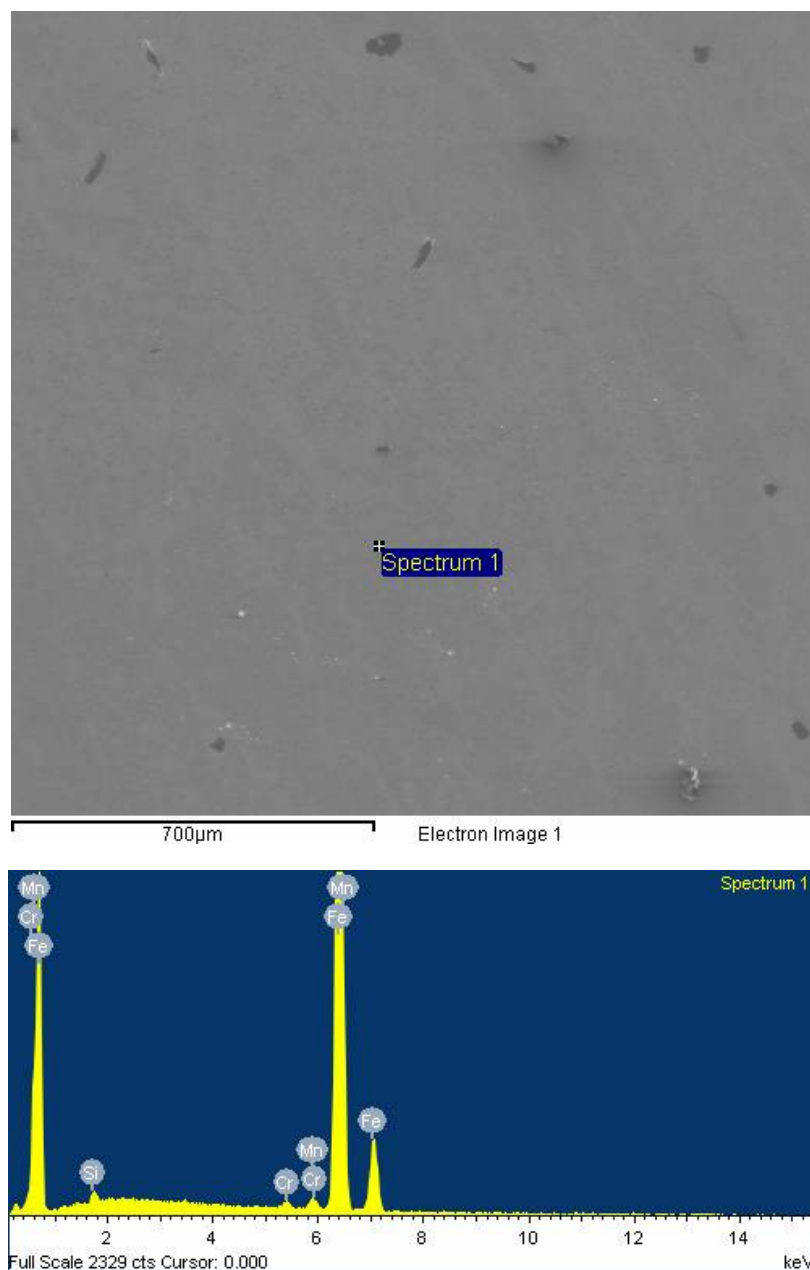
Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Mn	2,07	2,10
Ostalo	97,93	97,90

EDS točkastom analizom ZUT-a osmog uzorka dobivene su standardne vrijednosti [Slika 78] [Tablica 38].

**Slika 79. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 8 analiziranog SEM-om**

Na mikrostrukтури ZUT-a uzorka nije vidljiva veća količina pora i mala količina uključaka [Slika 79].

### 5.8.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 8 – Područje zavora

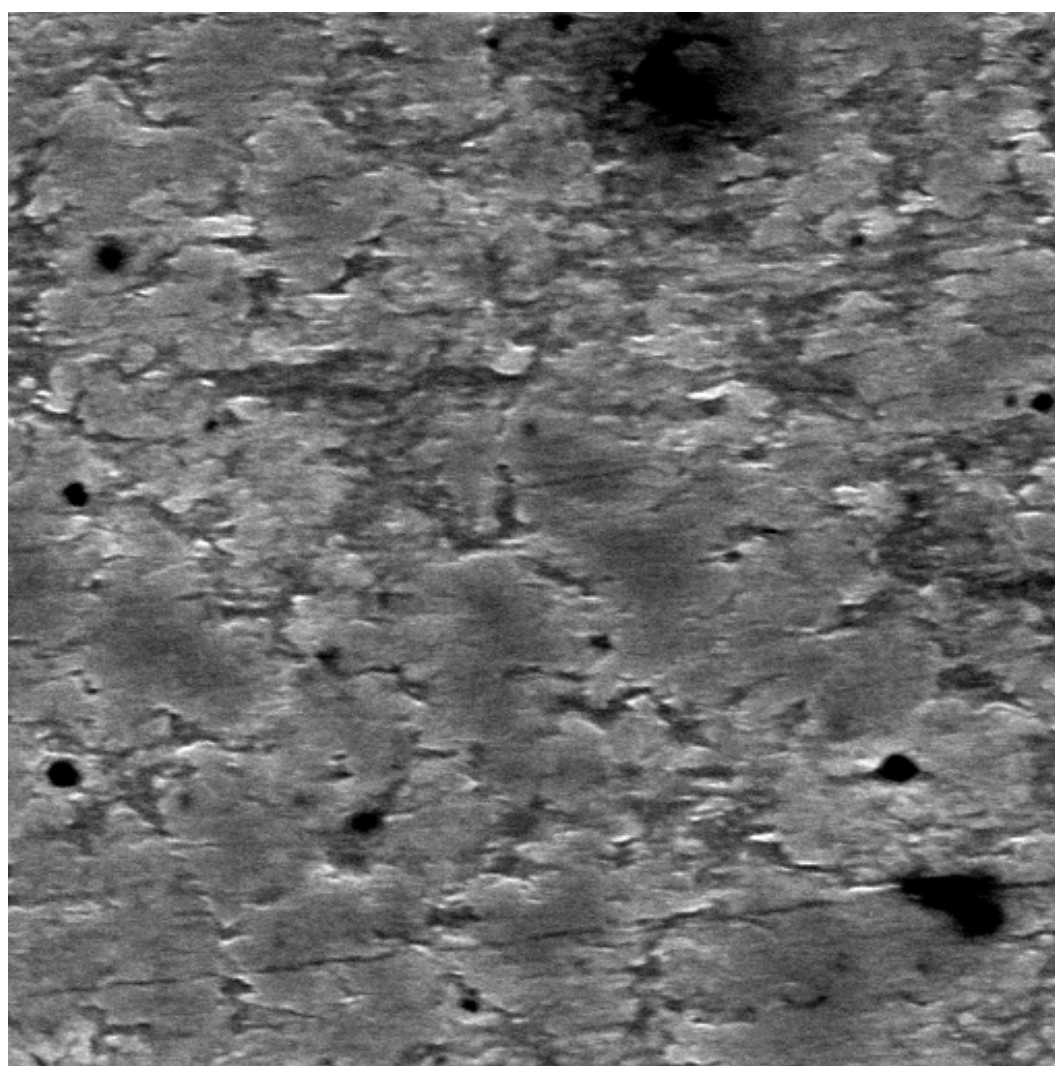


Slika 80. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 8

U području zavora osmog uzorka pojavljuju se silikati i krom, što je očekivano s obzirom na analize prošlih uzoraka [Slika 80]. Maseni udio tih elemenata je još uvijek vrlo nizak i odgovara kemijskom sastavu dodatnog materijala [Tablica 39].

**Tablica 39. Sastav zavara uzorka 8 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,78	1,54
Cr	0,69	0,73
Mn	1,47	1,48
Ostalo	97,06	96,25



SEM MAG: 4.00 kx  
 HV: 30.0 kV  
 Name: Uz 161 Zavar lice

DET: SE Detector  
 DATE: 10/25/12

10 um

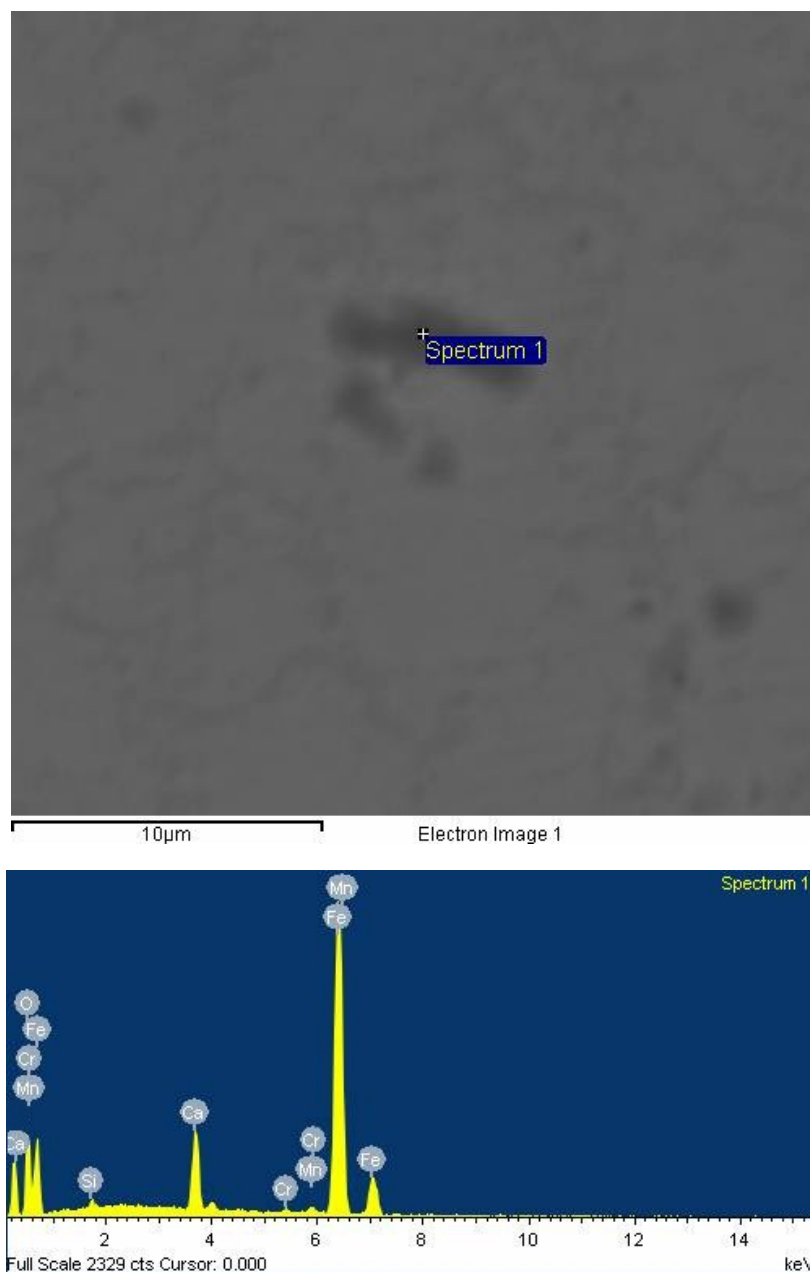
Vega ©Tescan  
 Digital Microscopy Imaging  
 Laboratory for materiallography  
 Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 81. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 8 analiziranog SEM-om**



U mikrostrukтури zavara pojavljuju se mnoge uključine i pore. Neke pore su i po nekoliko mikrometara promjera. Dvije od njih su analizirane u daljnjem tekstu.

#### 5.8.4. Točkasta EDS analiza uključine 1 u području zavara uzorka 8



Slika 82. Točkasta EDS analiza uključine 1 u području zavara za uzorak 8

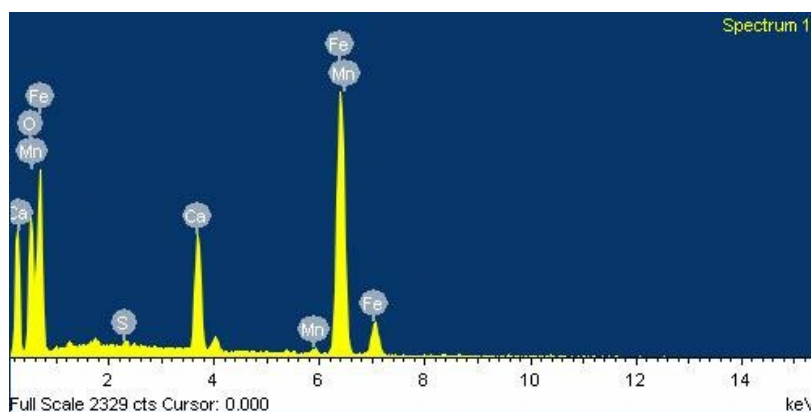
U prvoj uključini pojavljuju se silikati, oksidi i kalcij [Slika 82]. Najveći maseni udio otpada na ugljik i kisik [Tablica 40]. Kisik je produkt oksidacije dok je do ugljika najvjerojatnije došlo do grupiranja uslijed difuzije ili nekog drugog sličnog procesa.

**Tablica 40.** Sastav uključine 1 uzorka 8 u području zavora dobiven EDS točkastom metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
C	18,45	41,69
O	14,39	24,41
Si	0,42	0,41
Ca	5,31	3,59
Cr	0,51	0,27
Mn	0,78	0,39
Ostalo	60,15	29,24

#### 5.8.5. Točkasta EDS analiza uključine 2 u području zavora uzorka 8





**Slika 83. Točkasta EDS analiza ukljućine 2 u području zavora za uzorak 8**

Druga ukljućina u sebi također sadrži veću količinu ugljika, oksida i nešto kalcija uz novi element sumpor [Slika 83]. Sumpor se nalazi lokalno i u vrlo maloj kolićini tako da ne utjeće na svojstva uzorka [Tablica 41].

**Tablica 41. Sastav ukljućine 2 uzorka 8 u području zavora dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
C	27,47	49,56
O	21,95	29,73
S	0,25	0,17
Ca	6,66	3,60
Mn	0,82	0,32
Ostalo	42,85	16,62

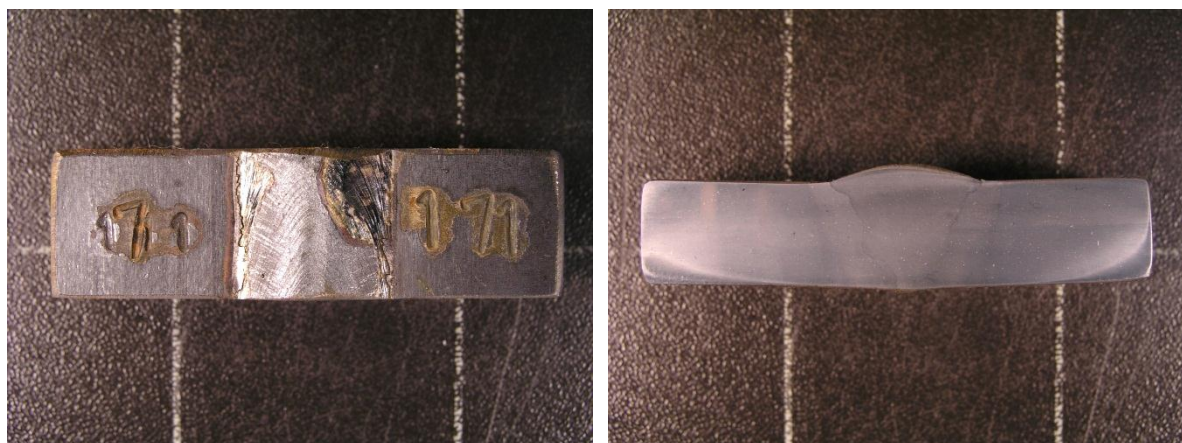
### 5.9. Uzorak br. 9

Deveti uzorak (laboratorijske oznake „171“) ima sljedeće parametre zavarivanja:

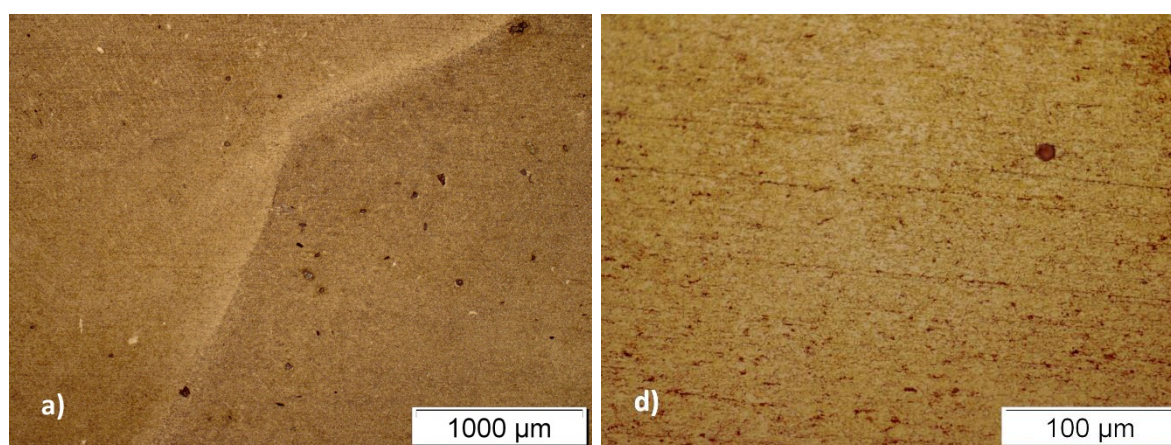
**Tablica 42. Parametri zavarivanja devetog uzorka čelika X80**

Uzorak	Udio CO <sub>2</sub> u Ar [%]	Unos topline [kJ/cm]	Temperatura predgrijavanja [°C]
9	18	12	80

Deveti uzorak je pokazao osrednje vrijednosti za udarnu radnju loma i natprosječne vrijednosti za konvencionalnu granicu razvlačenja<sup>9</sup>. Gledano golim okom zavar je dobre geometrije bez grešaka [Slika 84].



**Slika 84. Izgled površine uzorka 9 nakon nagrizanja u Nitalu**

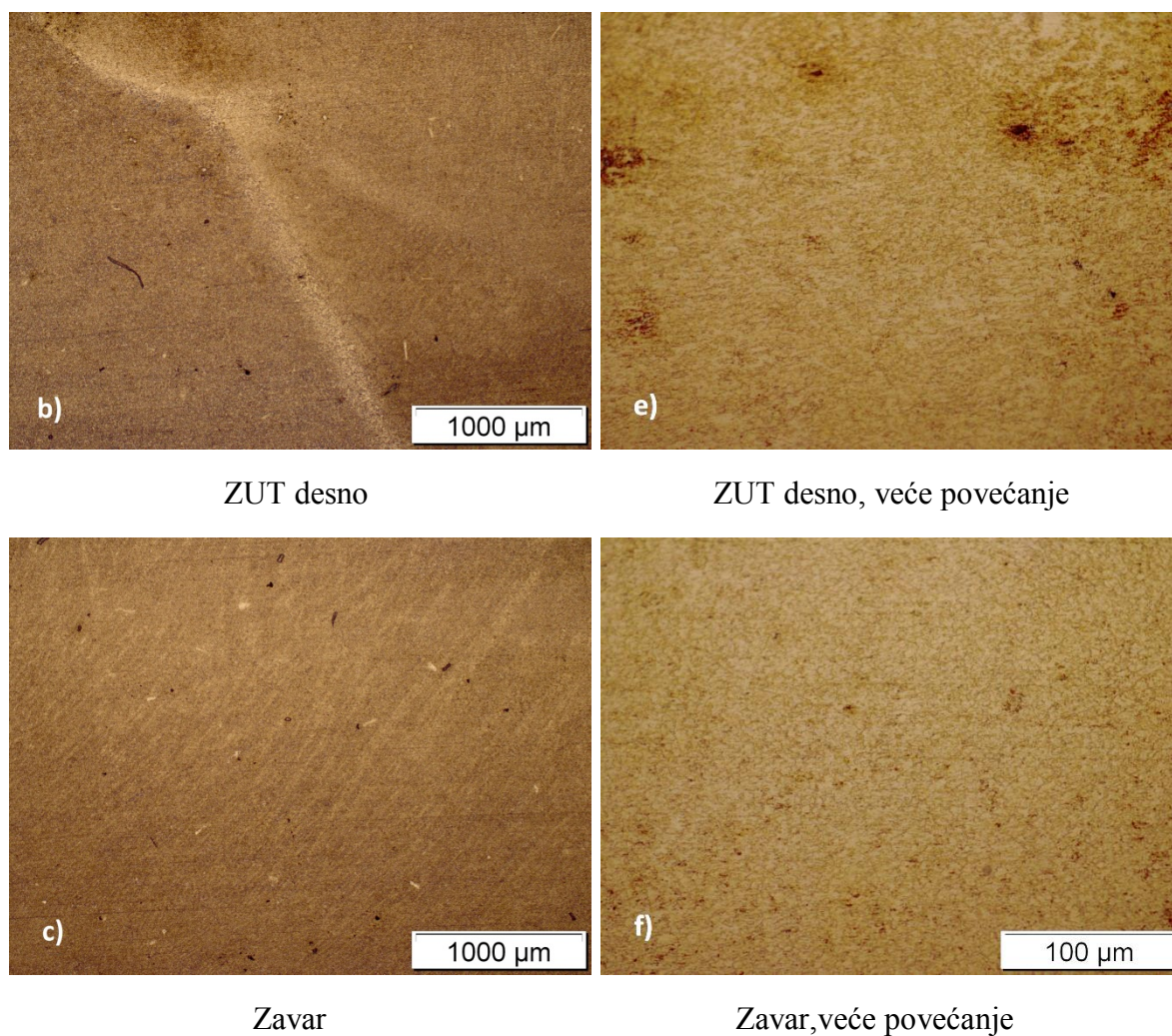


ZUT lijevo

ZUT lijevo, veće povećanje

<sup>9</sup> Rezultati preuzeti iz Diplomskog rada Gašpar Brumec [9]





ZUT desno

ZUT desno, veće povećanje

Zavar

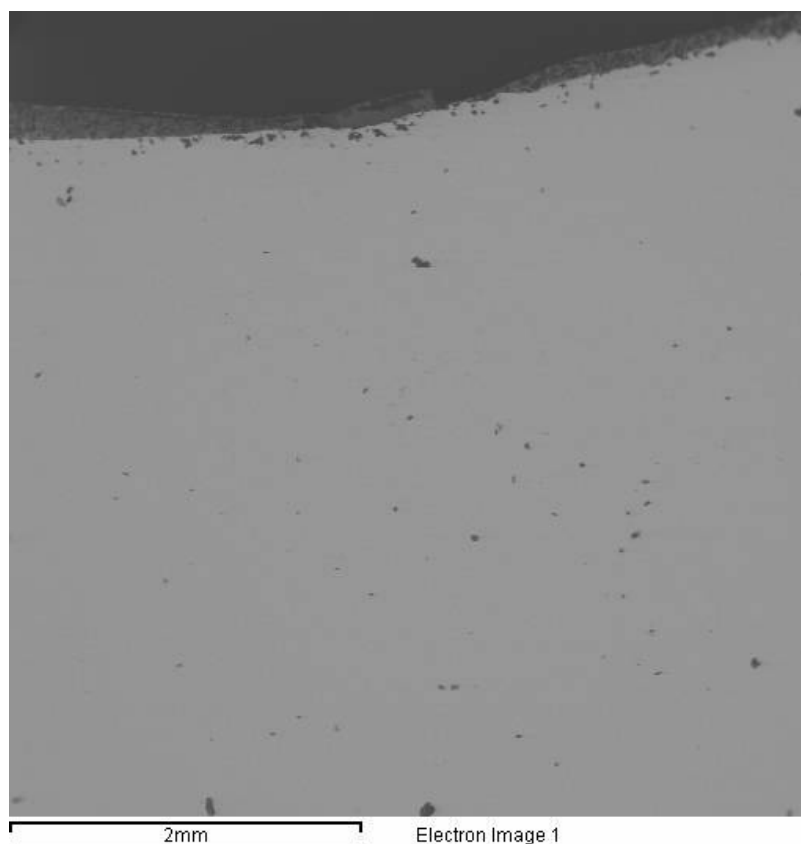
Zavar, veće povećanje

**Slika 85. Mikrostruktura uzorka 9, svjetlosni mikroskop, različita mjesta**

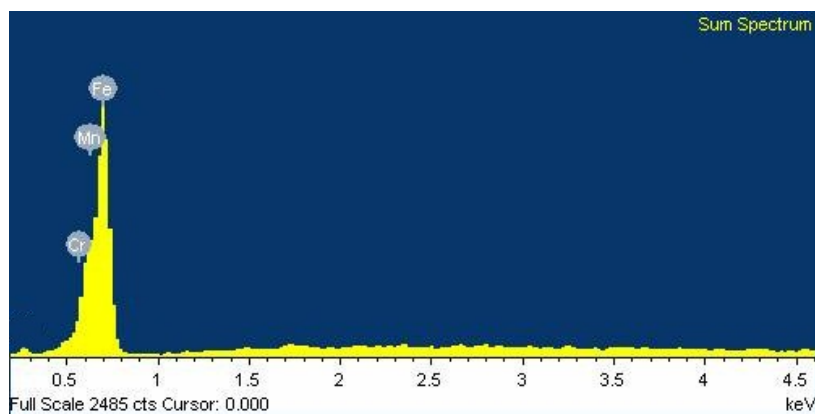
Analiza napravljena na svjetlosnom mikroskopu nije pokazala nikakve greške. Zona ZUT-a i materijal zavora su dobre vidljivosti. Uočena je smanjena količina oksidacije pri većem povećanju u odnosu na prošle uzorke [Slika 85].



### 5.9.1. Linijska EDS analiza uzorka 9



Slika 86. Područje linijske analize uzorka 9



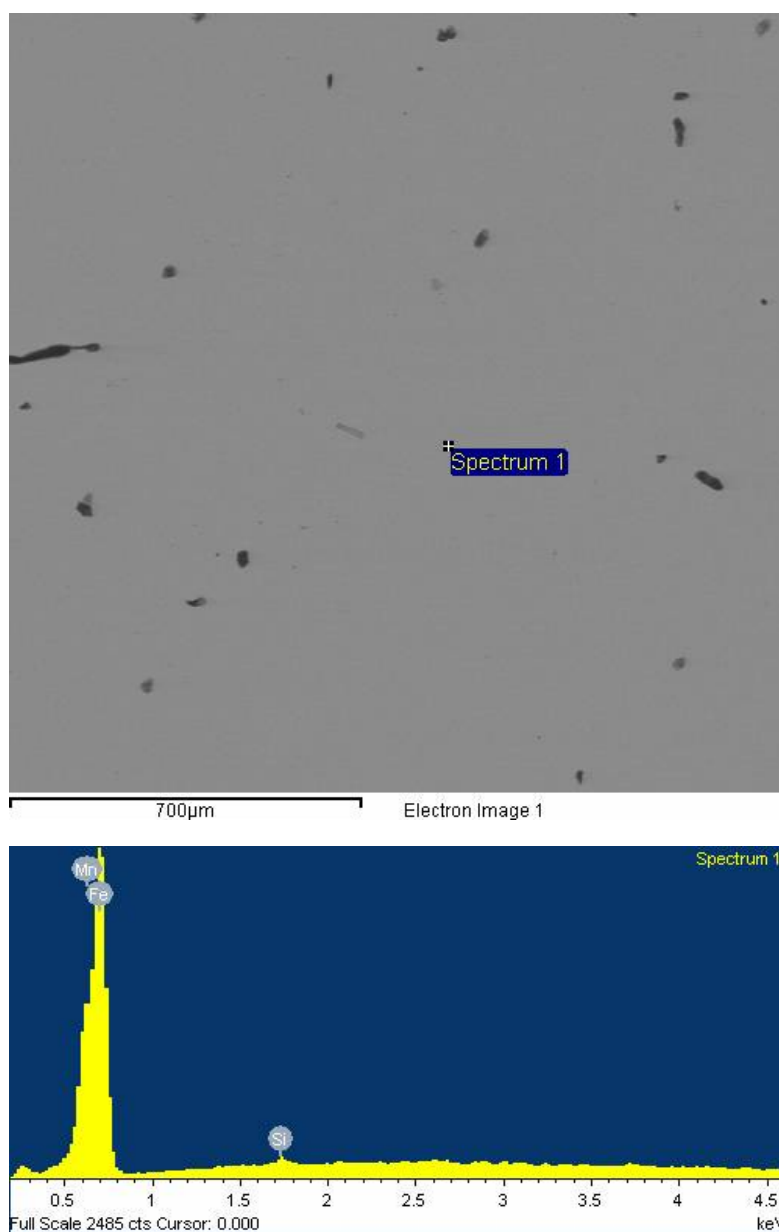
Slika 87. Linijska EDS analiza uzorka 9

U slučaju devetog uzorka prvi put imamo situaciju da je EDS linijska analiza lica zavora detektirala krom (iako u vrlo maloj vrijednosti od 0,61%) [Slika 86 i 87]. Maseni udio kroma je u očekivanom omjeru s obzirom na kemijski sastav dodatnog materijala [Tablica 43].

Tablica 43. Sastav uzorka 9 dobiven linijskom EDS metodom

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Cr	0,61	0,57
Mn	2,21	2,09
Ostalo	97,18	97,34

### 5.9.2. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 9 – Zona utjecaja topline (ZUT)

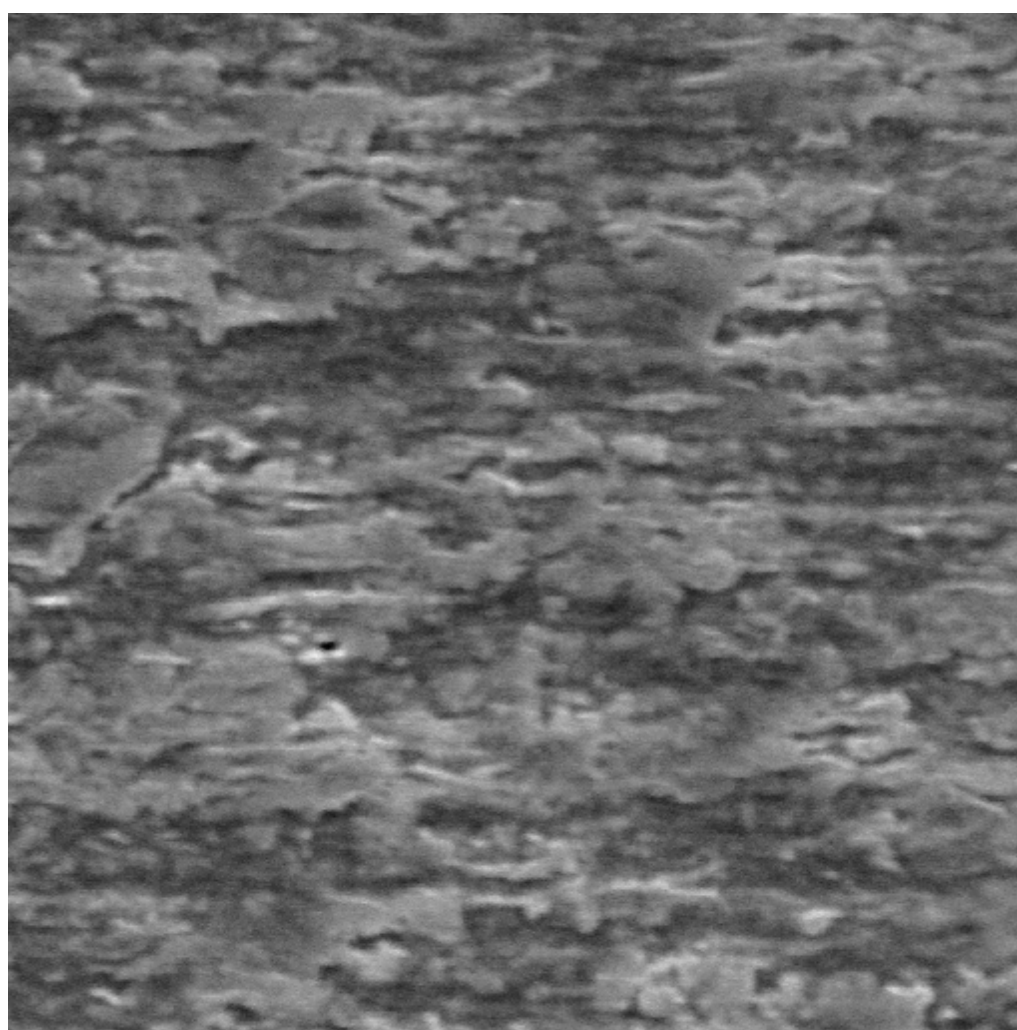


Slika 88. Točkasta EDS analiza ZUT-a uzorka 9

Na točkastoj analizi ZUT-a je detektiran silicij za koji znamo da ga ima u materijalu i onda kad ga EDS ne uspije detektirati zbog malog udjela [Slika 88]. Maseni udjeli elemenata su u očekivanim omjerima [Tablica 44].

**Tablica 44. Sastav ZUT-a uzorka 9 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,41	0,80
Mn	2,06	2,08
Ostalo	97,54	97,11



SEM MAG: 4.00 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 171 ZUT

DET: SE Detector  
DATE: 11/20/12

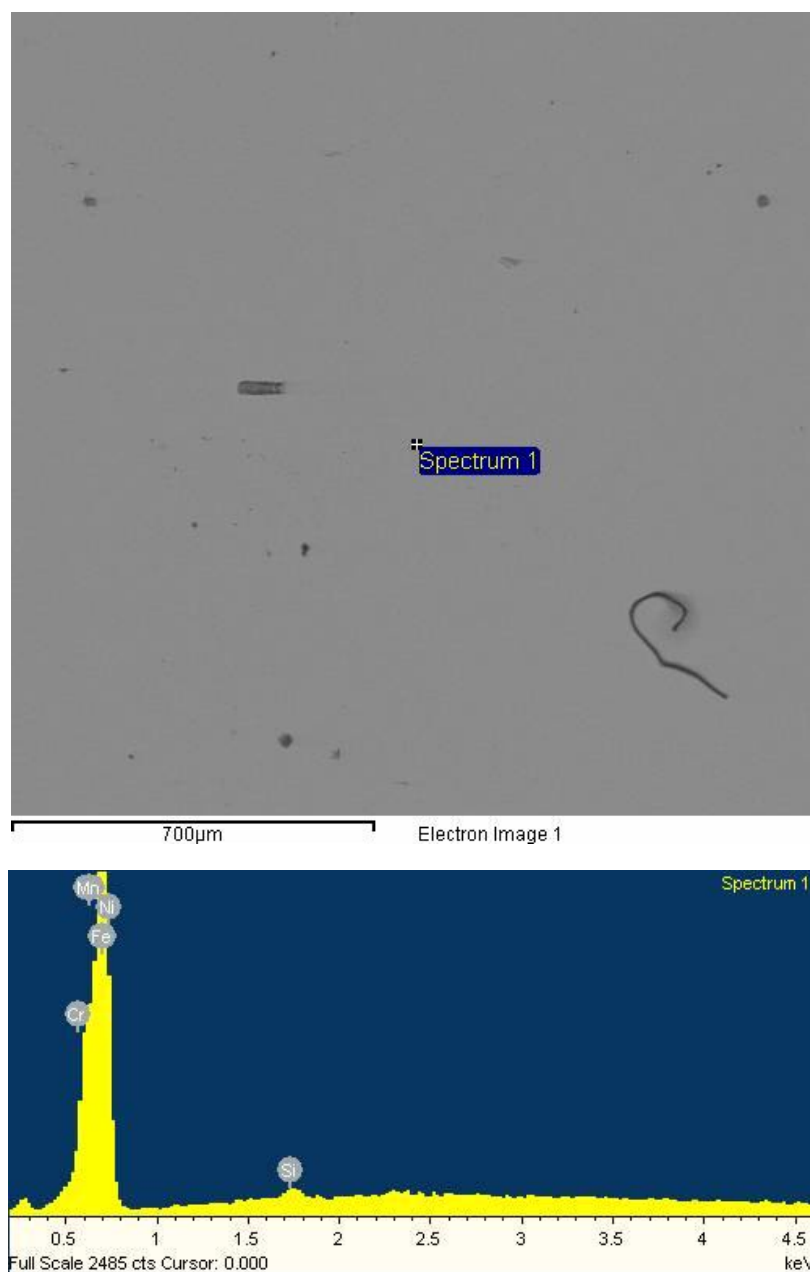
10 um

Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materiallography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 89. Izgled mikrostrukture ZUT-a uzorka 9 analiziranog SEM-om**

Mikrostruktura ZUT-a devetog uzorka ima povećana zrna u odnosu na osnovni materijal te pokazuje malu količinu pora i uključina [Slika 89].

### 5.9.3. Točkasta EDS analiza i analiza mikrostrukture uzorka 9 – Područje zavora



Slika 90. Točkasta EDS analiza zavora uzorka 9

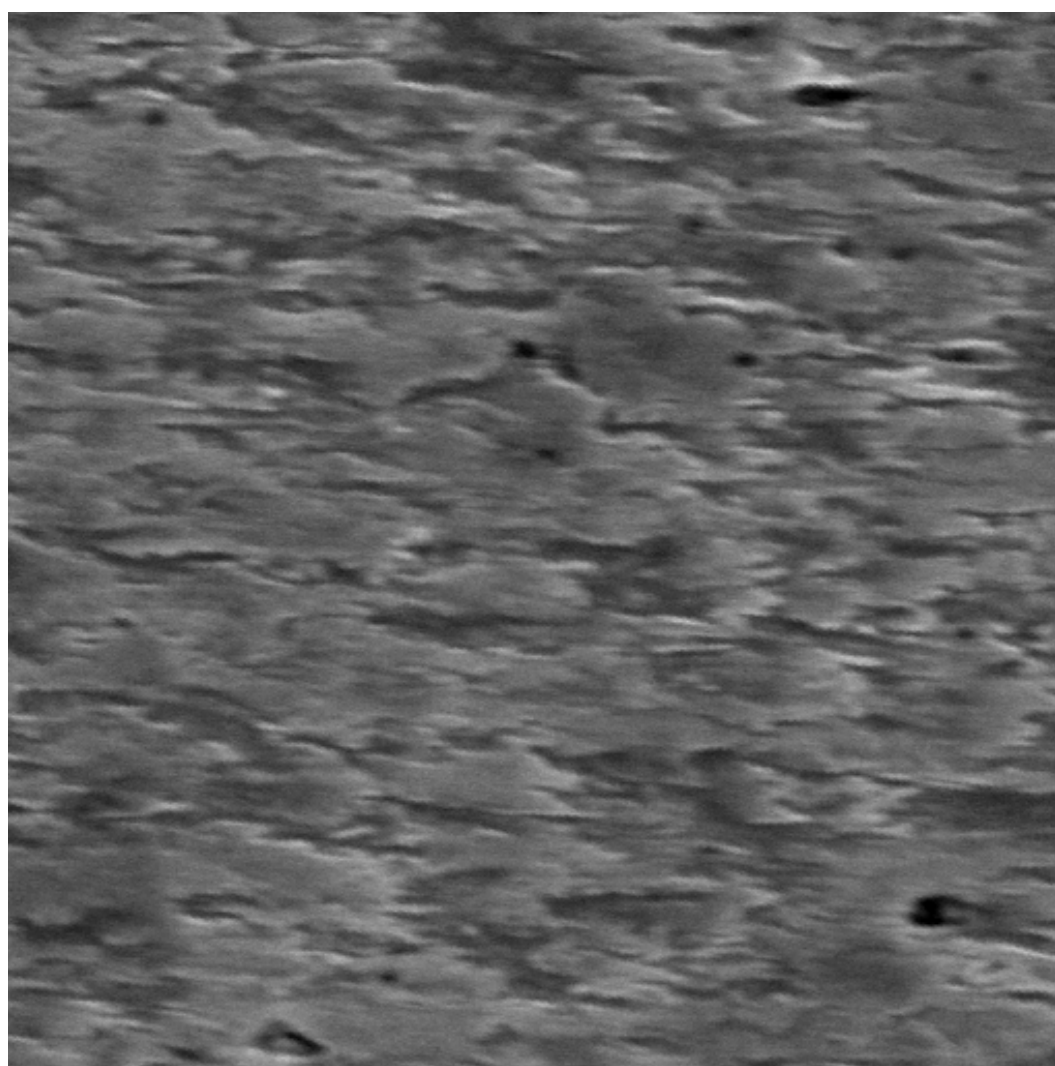
Usprkos vrlo pažljivom rukovanju sa ispitnim uzorcima greške se mogu dogoditi. Na slici [Slika 90] je vidljiv komad tkanine koji je ostao na ispitnom uzorku nakon čišćenja površine. S obzirom da je na ovom dijelu uzorka napravljena točkasta analiza na drugom mjestu koje je dalje od mjesta na kojemu se nalazi tkanina, ona nema utjecaja na mjerenja [Tablica 45]. Imala bi utjecaja da je napravljena linijska analiza preko tkanine ili točkasta na samom mjestu gdje se tkanina nalazi.

**Tablica 45. Sastav zavara uzorka 9 dobiven EDS točkastom metodom**

Element	Maseni udio (%)	Atomski udio (%)
Si	0,48	0,95
Cr	0,58	0,62
Mn	1,66	1,67
Ni	0,73	0,69
Ostatlo	96,56	96,07

Mikrostruktura zavara pokazuje malu količinu pora i uključina. Vidljivo je da je mikrostrukturagruboznata u odnosu na osnovni materijal. Razlog tome je dodatni unos topline prilikom zavarivanja i razlika u kemijskom sastavu dodatnog materijala u odnosu na osnovni materijal [Slika 91].





SEM MAG: 4.00 kx  
HV: 30.0 kV  
Name: Uz 171 zavfar

DET: SE Detector  
DATE: 11/20/12

10 um

Vega ©Tescan  
Digital Microscopy Imaging  
Laboratory for materiallography  
Faculty of Mechanical Engineering, Uni of Zg, Croatia

**Slika 91. Izgled mikrostrukture zavara uzorka 9 analiziranog SEM-om**

## 6. ZAKLJUČAK

U ovom radu analizirana je mikrostruktura zavora čelika X80. Analize su napravljene na svjetlosnom i skenirajućem elektronskom mikroskopu u kombinaciji sa EDS-om.

Preko rezultata dobivenih ovim analizama možemo zaključiti sljedeće:

Mikrostruktura osnovnog materijala je izrazito sitnozrnata i ista kod svakog ispitivanog uzorka što je najbolja polazna točka za daljnju analizu. Vidljivo je povećanje zrna što se više približavamo materijalu zavora. U samom zavaru je mikrostruktura materijala puno grublja u odnosu na osnovni materijal, kao što je vidljivo na SEM fotografijama. Razlog tome je unos topline prilikom zavarivanja koji je bio to veći što je osnovni materijal bio bliže samom materijalu zavora.

Svjetlosni mikroskop se pokazao kao izvrstan instrument za brzu provjeru stanja površine. Najveća njegova mana prilikom analiza ovih uzoraka je nedovoljna rezolucija pri povećanjima većim od 500X, koja su nam potrebna zbog sitnozrnatosti mikrostrukture.

Točkasta EDS analiza ZUT/ZUT, zavar/zavar, nije pokazala veće razlike u kemijskom sastavu raznih uzoraka. Puno kvalitetnija je linijska metoda koja posebno dolazi do izražaja prilikom analize uključaka,

Kemijski sastav uključaka se sastojao uglavnom od silikata, oksida i kalcija. U jednom slučaju u uključku je bilo i sumpora koji je vrlo nepoželjan.

Sljede razlozi pojave uključaka:

- Sumpor je nusprodukt nepotpune ili lošije provedene desulfikacije. On vrlo loše utječe na svojstva zavora i treba ga izbjegavati,
- Kalcij se najvjerojatnije pojavljuje kao ostatak injekcija CaSi koje se dodaju osnovnom materijalu prilikom proizvodnje,
- Aluminijska je nečistoća koja je ostala u materijalu još od proizvodnje. S obzirom da je aluminij detektiran u samo jednom slučaju kao i sumpor možemo ih smatrati iznimkom kod pojave uključina.
- Oksidi koji se nalaze na materijalu su nusprodukt oksidacije željeza i aluminija.

Svi ukljucci su dimenzija do 2 $\mu$ m, i prema tome su vidljivi samo na skenirajućem elektronskom mikroskopu pri većim povećanjima.

## LITERATURA

- [1] .....; „Bernard“,  
<http://www.bernardwelds.com/articles/article4.htm>
- [2] .....; „Materials & Welding“,  
<http://materials-welding.blogspot.com/2007/09/x80-weld.html>
- [3] H.B. Xue, Y.F. Cheng; „Characterization of inclusions of X80 pipeline steel and its correlation with hydrogen-induced cracking“, travanj 2011;  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X10006153>
- [4] .....; „Key to Metals“,  
<http://www.keytometals.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&LN=EN&NM=262>
- [5] .....; „Sale AssociatesLtd“,  
<http://www.sale-associates.com/newpage2.htm>
- [6] .....; „TWI“,  
<http://www.twi.co.uk/technical-knowledge/faqs/process-faqs/faq-what-is-synergic-mig-mag-welding-and-what-are-its-advantages/>
- [7] Carleton College; „SERC“,  
[http://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html)
- [8] Joseph Goldstein; Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Kluwer Academic Pub, 2003.
- [9] Gašpar Brumec; Diplomski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2012.

## **PRILOZI**

### **I. CD-R disc**